#### NANOTOMOGRAPHY

Publication number: WO0039569 Publication date: 2000-07-06

Inventor: MAGERLE ROBERT (DE) Applicant: MAGERLE ROBERT (DE)

Classification:

- international

G01B11/30; G01N13/10; G01N23/04; G06T17/40; G01B11/30: G01N13/10: G01N23/02: G06T17/40:

(IPC1-7); G01N27/00; G01B7/34

- european: G01B7/34A; G01N23/04; G01N27/00F; Y01N8/00

Application number: WO1999DE02577 19990817 Priority number(s): DE19981059877 19981223

### Also published as:

EP1144989 (A1) US6546788 (B2) US2001052257 (A1) EP1144989 (A0) DE19859877 (A1)

more >>

#### Cited documents:

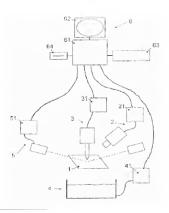
XP000870399 XP000870218 XP000869951 XP004112216 XP000403702 more >>

Report a data error here

#### Abstract of WO0039569

sample.

The invention relates to a device for determining the spatial distribution of properties of a notably heterogeneous sample (1). Said device comprises: a microscope (2) having a control (21) for the three-dimensional detection of the topography zn (x,v) of the surface n of a sample (1); a probe (3) having a control (31) for the highresolution detection of one or more properties Pi of the sample (1) on the topography zn(x,y) of the surface n; a device (4) for removing material, for example a plasma etching device for etching with reactive gases or liquids or for chemomechanical polishing, which has a control (41) and by means of which in a removal process An, n+1 a layer can be removed from the surface n of the sample (1); a computer-assisted image processing device (6) which is equipped such that from a sequence of surface topographies zn(x,y) to zn+m(x,y) determined by the microscope and from the properties Pi(zn(x,v)) to Pi(zn+m(x,v))detected on said topographies it is able to generate a three-dimensional image of the



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

## PCT

#### WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM Internationales Büro

EDTD AC TIBED DIE

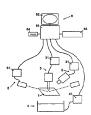
INTERNATIONALE ANMELDUNG VEROFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)								
(51) Internationale Patentklassifikation 7:		(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 00/39569						
G01N 27/00, G01B 7/34	A1	(43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 6. Juli 2000 (06.07.00)						
(21) Internationales Aktenzeichen: PCI/DE (22) Internationales Anmeldedatum: 17. August 1999 (1		BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU,						
(30) Prioritätsdaten: 198 59 877.7 23. Dezember 1998 (23.12.9	18) I	Veröffentlicht  Mit internationalem Recherchenbericht.						
(71)(72) Anmelder und Erfinder: MAGERLE, Robert [ Lisztstrasse 1, D-95444 Bayreuth (DE).	DE/Di	7);						
(74) Anwalt: BAUER, Wulf; Bayenthalgurtel 15, D-506 (DE).	968 K	do						

(54) Title: NANOTOMOGRAPHY

(54) Bezeichnung: NANOTOMOGRAPHIE

#### (57) Abstract

The invention relates to a device for determining the spatial distribution of properties of a notably betrogeneous sample (1). Said device comprises: a microscope (2) having a control (21) for the three-dimensional detection of the topography zn (xy) of the surface n of a sample (1), a probe (3) having a control (31) for the high-resolution detection of one or more properties P1 of the sample (1) on the topography zn (xy) of the surface n; a device (4) for removing material, for example a plasma excline device for exclining with reactive gases of liquids or for echemomechanical polishing, which has a control (41) and by means of which in a removal process An, n=1 a layer can be removed from the surface n of the sample (1); a computer-assisted image processing device (6) which is equipped such that from a sequence of surface topographics zn(xy) to 2 trann(xy) determined by the microscope and from the properties P[(zn(xy))) to P[(zn=m(xy)) detected on said topographies it is able to generate a three-dimensional image of the sample.



#### (57) Zusammenfassung

Die Erfindung zeigt eine Vorrichtung zur Ermittlung der fühmlichen Verteilung von Figenschaften einer innbesondere hetterogenen Probe (1), bestehend aus einem Mikroskop (2), welches eine Steuerung (21) aufweist, zur dreidimensionalen Erfassung der Topographie zu(x) yl der Oberfläche n einer Probe (1), einer Sonde (3), welche eine Steuerung (21) aufweist, zur dreidimensionalen Erfassung der Topographie zu(x) yl der Oberfläche n, einer Abragvorrichtung (4), sehspielsweise einer Vorrichtung zum Plasmaßtezen, zum Ätzen mit reaktiven Gasen oder Pflassigkeiten, oder zum chemomechanischen Polieren, welche eine Steuerung (41) aufweist und mittels welcher in einem Abragvorgang Ann+el eine Schicht von der Oberfläche nich Probe (1) abgetragen werden kann, einer computergestützen Bildwerzbeitungsvorrichtung (6), welche dazu ausgerüstet ist, aus einer vom Mikroskop ermittelten Folge von Oberflächentopographien zu(x,y) bis zn+m(x,y) und den auf diesen Topographien erfäßen Eigenschaften Pjäcner,(x), bis Pjäcn-m(x,y) ein deridimensionales Abbild der Probe zu erzeugen.

## LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AL	Albanien	ES	Spanien	LS	Lesotho	SI	Slowenien	
AM	Armenien	FI	Finnland	LT	Litauen	SK	Slowakei	
AT	Österreich	FR	Frankreich	LU	Luxemburg	SN	Senegal	
ΑU	Australien	GA	Gabun	LV	Lettland	SZ	Swasiland	
AZ	Aserbaidschan	GB	Vereinigtes Königreich	MC	Монасо	TD	Tschad	
BA	Bosnien-Herzegowina	GE	Georgien	MD	Republik Moldau	TG	Togo	
BB	Barbados	GH	Ghana	MG	Madagaskar	TJ	Tadschikistan	
BE	Belgion	GN	Guinea	MK	Die ehemalige jagoslawische	TM	Turkmenistan	
BF	Burkina Faso	GR	Griechenland		Republik Mazedonien	TR	Türkei	
BG	Bulgarien	HU	Ungarn	ML	Mali	TT	Trinidad und Tobago	
BJ	Benin	IE	Irland	MN	Mongolei	UA	Ukraine	
BR	Brasilien	IL	Israel	MR	Mauretanien	UG	Uganda	
BY	Belarus	18	Island	MW	Malawi	US	Vereinigte Staaten von	
CA	Kanada	IT	Italien	MX	Mexiko		Amerika	
CF	Zentralafrikanische Republik	JP	Japan	NE	Niger	UZ	Usbekistan	
CG	Kongo	KE	Kenia	NL	Niederlande	VN	Vietnam	
CH	Schweiz	KG	Kirgisistan	NO	Norwegen	YU	Jugoslawien	
CI	Côte d'Ivoire	KP	Demokratische Volksrepublik	NZ	Neusceland	ZW	Zimbabwo	
CM	Kamerun		Korea	PL	Polen			
CN	China	KR	Republik Korea	PT	Portugal			
CU	Kuba	KZ	Kasachstan	RO	Rumānien			
CZ	Tschechische Republik	LC	St. Lucia	RU	Russische Föderation			
DE	Deutschland	LI	Liechtenstein	SD	Sudan			
DK	Dinemark	LK	Sri Lanka	SE	Schweden			
RE	Estland	LR	Liberia	SG	Singapur			

Bezeichnung: Nanotomographie

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist eine neuartige Vorrichtung und ein neuartiges Verfahren, welche es erlaubt, die räumliche Struktur einer zu untersuchenden Probe mit hoher räumlicher Auflösung zu ermitteln. Gleichzeitig können eine Vielzahl verschiedener Materialparameter erfaßt werden, die im wesentlichen nur durch die spezielle Wahl der zugrundeliegenden Mikroskopiemethode beschränkt werden. Prinzipiell sind mit dem erfindungsgemäßen Verfahren räumliche Auflösungen im atomaren Bereich (100 Picometer) möglich.

Im Bereich der Mikroskopieverfahren steht mittlerweile eine große Vielzahl an Methoden zur Verfügung. Am weitesten bekannt sind optische Mikroskopiemethoden, deren Auflösungsvermögen prinzipiell auf einen Bereich von einigen hundert Nanometern beschränkt ist. Ein deutlich höheres Auflösungsvermögen erreichen Elektronenmikroskopiemethoden, die in verschiedenen Spielarten existieren. Mittels der Elektronenmikroskopie kann routinemäßig eine Auflösung im Bereich von einigen Nanometern erreicht werden. Im Laufe der letzten 15 Jahre sind weitere Mikroskopiemethoden hinzugetreten, dabei sind als herausragende Vertreter vor allem die sogenannten Rastersondenmikroskopiemethoden zu nennen, die unter Verwendung spezieller Sonden Auflösungen im atomaren Bereich ermöglichen und auf eine Vielzahl von Materialeigenschaften empfindlich sein können. Als Sonden können beispielsweise scharfe metallische Spitzen, scharfe Spitzen an einem Cantilever (einem durch äußere Kräfte zu verbiegenden dünnen Balken) oder auch ausgezogene Spitzen von optischen Wellenleitern dienen. Diese Sonden werden im allgemeinem in einem sehr geringen Abstand (einige Nanometer und weniger) über die Probe geführt (die Probe wird "abgerastert") und gleichzeitig bestimmte Materialparameter erfaßt. Als Regelungsparameter zur Abstandsregelung zwischen Probe und Spitze können beispielsweise elektrische Ströme zwischen Probenoberfläche und Spitze, eine mechanische Verbiegung oder Verdrillung des Cantilevers, die Zahl vom

2

Wellenleiter aufgefangener Photonen oder auch die Dämpfung mechanischer Schwingungen der Sonde dienen

Allen diesen nur exemplarisch genannten Mikroskopiemethoden ist jedoch gemein. daß mit ihrer Hilfe nur eine im wesentlichen zweidimensionale Abbildung der zur untersuchenden Objekte möglich ist. Ist man an der räumlichen Struktur von zu untersuchenden Proben interessiert, so ist die Menge der zur Verfügung stehenden Untersuchungsmethoden stark eingeschränkt.

Eine größere Zahl von Methoden zur Strukturaufklärung untersucht die räumliche Struktur der Proben nicht direkt, sondem über den Umweg sogenannter Streumethoden (z.B. Röntgen- oder Neutronenstreuung). Diese Streumethoden jedoch sind vor allem anzuwenden auf Objekte, die regelmäßig aufgebaut sind. Streumethoden eignen sich demzufolge insbesondere dazu, Kristallstrukturen aufzuklären, sind aber nicht oder nur mit starken Einschränkungen auf Proben mit unregelmäßiger Struktur anzuwenden.

Eine Mehrzahl von Methoden, mit denen die räumliche Struktur einer unregelmäßigen Probe mit hoher räumlicher Auflösung erfaßt werden kann, basiert darauf, daß das Probenvolumen in eine Folge von Schichten aufgeteilt wird und von jeder Schicht eine Karte der interessierenden Eigenschaft erstellt wird. Aus einem Stapel solcher Karten wird dann mit geeigneten mathematischen Verfahren die räumliche Verteilung der interessierenden Figenschaft rekonstruiert. Auf dieser Basis arbeiten unterschiedliche Verfahren, die sich jeweils in der Art der erfaßten Eigenschaft (dem Kontrastverfahren) und der Art und Weise unterscheiden, in der das Probenvolumen in einzelne Schichten zerteilt und von jeder Schicht die Karte der interessierenden Eigenschaft erzeugt wird.

Die heute bekanntesten Vertreter dieser Verfahren sind die hauptsächlich in der Medizin angewendete Röntgen- und Kernspintomographie. Bei beiden Verfahren wird zerstörungsfrei durch geeignete Meßtechnik nur eine einzelne dünne Schicht des Probenvolumens erfaßt und durch mathematische Verfahren aus einer großen Zahl aus verschiedenen Winkeln aufgenommen Projektionen der Schicht eine Karte der interessierenden Eigenschaft in dieser Schicht erstellen. Mit beiden Methoden kann eine räumliche Auflösung von einigen Mikrometern erreicht werden. In die gleiche Klasse fällt die konfokale Mikroskopie, bei der ein Bild der Fokusebene mit sehr 3

geringer Tiefenschärfe erzeugt werden kann. Allerdings ist bei der konfokalen Mikroskopie die räumliche Auflösung durch die Wellenlänge des verwendeten Lichts auf einige hundert Nanometer beschränkt und es können nur optisch transparente Proben untersucht werden.

Bei den historisch ersten Verfahren zur räumlichen Rekonstruktion wurde die Probe mechanisch mit einem Mikrotom in eine Serie einzelner dünner Schichten zerteilt. Von diesen Dünnschnitten wurden dann mit Hilfe optischer Mikroskopie eine Folge an Karten erstellt aus denen die räumliche Form der untersuchten Objekte rekonstruiert werden konnte. Heute können mit einem Ultramikrotom einige zig Nanometer dünne Schichten hergestellt und mit dem Rasterelektronenmikroskop mit hoher lateraler Auflösung (in der x-y-Ebene) untersucht werden (einige Nanometer sind erreichbar). Allerdings ist die Tiefenauflösung (in z-Richtung) dieses Verfahrens durch die Dieke der verwendeten Dünnschnitte begrenzt. Diese ist wiederum durch die mechanische Stabilität des untersuchten Materials auf einige zig Nanometer begrenzt. Ein sehr großer Nachteil dieses Verfahrens ist außerdem der hohe Zeit- und Personalaufwand, da die zuverlässige Herstellung, Handhabung und Untersuchtung der extrem dünnen Serienschnitte sehr viel Erfahrung erfordert und zu einem großen Teil manuell erfolgt. Zudem können nicht von allen Materialien so dünne Schnitte hergestellt werden, so daß Metalle, Keramiken, Halbeieter und viele andere bedeutende Werkstoffen nicht mit diesem Verfahren untersucht werden können.

Die Röntgen- und Kemspintomographie verwendet ausgiebig mathematische Verfahren, um aus einer großen Zahl aus verschiedenen Winkeln aufgenommen Projektionen die Verteilung der untersuchten Eigenschaft in einer einzelnen untersuchten Schieht zu rekonstruieren. Ähnliche Verfahren können auch bei der Elektronenmikroskopie angewendet werden. In besonderen Fällen kann eine Auflösung im Bereich von Nanometern erreicht werden. Allerdings ist bei den dafür notwendigen dünnen Dünnschnitten von einigen zig Nanometern Dicke die maximale Belichtungsdauer mit Elektronen beschränkt, die ein einzelner Dünnschnitt verträgt, bevor er durch den Elektronenstrahl zerstört wird, was zur Folge hat, daß die begrenzte Gesamtbelichtungsdauer auf die einzelnen Projektionen aufgeteilt werden muß und dadurch die Bildqualität der einzelnen Projektionen stark eingeschränkt ist. Aus diesem Grund müssen bei der Bildrekonstruktion Modellannahmen über die Probensymmetrie gemacht werden, um eine Auflösung im Bereich von Nanometern erreichen zu können. Unregelmäßige Strukturen in der Probe können daher nicht mit einer so hohen räumliche Auflösung erfaßt werden.

Das Problem der Schnittherstellung und der mechanischen Stabilität der Dünnschnitte umgehen Verfahren, bei denen die Probe schichtweise abgetragen und nach jedem Abtragvorgang die Verteilung der interessierenden Eigenschaft auf der freigelegten Oberfläche bestimmt wird. Die Methode der dynamischen Sekundärionenmassenspektroskopie (SIMS) arbeitet nach diesem Verfahren. Allerdings ist dabei die laterale Auflösung (in der x-y-Ebene) durch den Durchmesser des Ionenstrahls begrenzt, der die Sekundärionen erzeugt, und der im besten Fall etwa 50 nm groß ist. Die erreichbare Tiefenauflösung (in z-Richtung) ist bei der dynamischen SIMS durch die Eindringtiefe des Ionenstrahls ins Material (etwa 10 nm und mehr) und die Rauhigkeit der Probenoberfläche vor und insbesondere während des Abtragens begrenzt. In sehr vielen Fällen und besonders bei heterogenen Proben erfolgt der Materialabtrag ungleichmäßig, da die Abtragrate eine materialspezifische Eigenschaft ist, was zu einer Aufrauhung der Probenoberfläche während der Untersuchung führt. Dies hat zur Folge, daß die detektierte Eigenschaft (z.B. die Konzentration eines bestimmten Elements) gleichzeitig aus verschiedenen Tiefenbereichen stammt, was die Tiefenauflösung der dynamischen SIMS drastisch verschlechtert. Sehr viele interessante (weil heterogene) Proben können daher nicht mit dieser Methode untersucht werden, da für sie keine für die dynamische SIMS geeigneten Verfahren zum gleichmäßigen Abtragen bekannt sind. Das Problem der Probenrauhigkeit und der ungleichmäßigen Abtragrate verhindert auch, daß durch Kombination der schichtweisen Abtragtechnik mit anderen lateral hochauflösenden Verfahren wie z.B. Rasterelektronenmikroskopie, die Struktur heterogener Proben mit hoher räumlicher Auflösung untersucht werden kann.

Allen genannten Verfahren ist gemein, daß das Probenvolumen in eine Folge ebener Schichten aufgeteilt wird und von jeder Schicht eine gebene 2-dimensionale Karte der interessierenden Eigenschaft erstellt wird. Bei der Methode der Serienschnitte ist die Tiefenauflösung durch die Dicke der Dünnschnitte begrenzt und beträgt einige zig Nanometer. Zudem können von vielen Materialien keine Scrienschnitte erzeugt werden. Bei den schichtabtragenden Methoden ist die Tiefenauflösung in sehr vielen Fällen durch die ungleichmäßige Abtragrate und die dadurch verursachte Rauhigkeit der Probenoberfläche stark eineeschränkt.

Gegenstand der Erfindung ist eine neuartige Vorrichtung zur Ermittlung der räumlichen Verteilung von Eigenschaften einer insbesondere heterogenen Probe und ein Verfahren, welches es erlaubt, mittels der erfindungsgemäßen Vorrichtung die räumliche Verteilung von Eigenschaften einer zu untersuchenden Probe in allen drei Raumrichtungen mit bis zu atomarer Auflösung aufzuklären. Die mikroskopische Untersuchung erfolgt direkt im Ortsraum, ein Umweg über Streumethoden ist nicht erforderlich, dementsprechend können insbesondere Proben untersucht werden, die keine regelmäßige innere Struktur aufweisen.

Die erfindungsgemäße Vorrichtung beruht auf einer neuartigen Kombination aus einem Mikroskop zur dreidimensionalen Erfassung der Topographie  $z_n(x,y)$  der Oberfläche n einer Probe, einer Sonde, welche eine oder mehrere Eigenschaften  $P_j$  (j=1,...,m) der Probe ortsaufgelöst auf der Topographie  $z_n(x,y)$  der Oberfläche n erfaßt, einer Abtragvorrichtung, beispielsweise einer Vorrichtung zum Plasmaßtzen, zum Ätzen mit reaktiven Gasen oder Flüssigkeiten, oder zum chemomechanischen Polieren, welche eine Steuerung aufweist und mittels welcher in einem Abtragvorgang  $A_{n,n+1}$  eine Schicht von der Oberfläche n der Probe abgetragen werden kann, und einer computergestützen Bildverarbeitungsvorrichtung, welche dazu ausgerüstet ist, aus einer vom Mikroskop ermittelten Folge von Oberflächentopographien  $z_n(x,y)$  bis  $z_{n+m}(x,y)$  und den auf diesen Topographien erfaßten Eigenschaften  $P_j(z_n(x,y))$  bis  $P_j(z_{n+m}(x,y))$  ein dreidimensionales Abbild der räumlichen Verteilung der Eigenschaften  $P_j$  in der Probe zu erzeugen.

Das erfindungsgemäße Verfahren beruht auf einer neuartigen Kombination von Mikroskopieverfahren, insbesondere Rastersondenmikroskopieverfahren, die eine sehr hohe laterale Auflösung erreichen, mit geeigneten Abtragverfahren, die global oder lokal auf die Probe einwirken, und eine gezielte Abtragung von Schichten von der Probenoberfläche erlauben, wobei die abgetragene Schichtdicke im atomaren Bereich oder deutlich darüber liegen kann. Die räumliche Struktur einer zu untersuchenden Probe wird mit Hilfe einer Sequenz von einzelnen Schritten untersucht. Die Topographie z<sub>n</sub>(x,y) der Oberfläche n der zu untersuchenden Probe wird mit Hilfe von Rastersondenmikroskopieverfahren mit sehr hoher räumlicher Auflösung bestimmt. Zusätzlich werden die interessierenden Eigenschaften P<sub>j</sub> der Probe mittels einer Sonde lokal auf der Oberfläche n mit bekannter Topographie z<sub>n</sub>(x,y) erfaßt. Beispiele solcher Eigenschaften sind Härte, Elastizität, Reibungskoeffizient, Leitfähigkeit. Magnetisierung oder Elektronendichte, die oftmals gleichzeitig mit der Bestimmung der Topographie erfaßt werden können, insbesondere bei Verwendung eines Rastersondenmikroskopieverfahrens. Aus der

Topographie  $z_n(x,y)$  der Oberflächen n und den darauf lokal erfaßten Eigenschaften  $P_j(x,y)$  wird eine dreidimensionale Karte  $S_n$  der Oberfläche n erstellt und auf dieser die lokal ermittelten Eigenschaften der Probe verzeichnet. Die Karte  $S_n$  gibt demnach die Topographie  $z_n(x,y)$  mit den darauf verzeichneten Eigenschaften  $P_j(x,y)$  wieder, repräsentiert also  $P_j(z_n)$ .

Insbesondere ist zu bemerken, daß die Obersläche n der Probe nicht als ebene Fläche angenommen wird, sondern der erstellten dreidimensionalen Karte  $S_n$  die tatsächliche Topographie  $z_n(x,y)$  zugrundegelegt wird. Daher wird jede einzelne Karte  $S_n$  im allgemeinen eine gekrümmte Fläche im Ortsraum darstellen.

Danach wird mittels eines geeigneten Abtragverfahrens global oder lokal eine Schicht von der Oberfläche der Probe abgetragen. Als Abtragverfahren stehen in Abhängigkeit von der zu untersuchenden Probe beispielsweise das Ätzen mit reaktiven Gasen und Flüssigkeiten. Ätzen mit Ionen (Plasmaätzen) oder chemomechanisches Polieren zur Verfügung. Die so entstandene neue Oberfläche n+1 der zu untersuchenden Probe wird wiederum mit Hilfe von Rastersondenmikroskopieverfahren charakterisiert, d.h. ihre Topographie ermittelt und auf dieser die interessierenden Eigenschaften der Probe mittels einer Sonde lokal erfaßt. Aus der Topographie Zn+1(X,Y) der Oberfläche n+1 und den darauf lokal erfaßten Eigenschaften Pj wird wiederum eine dreidimensionale Karte Sn+1 der im Abtragvorgang An,n+1 entstandenen Oberfläche n+1 erstellt und auf dieser die lokal ermittelten Eigenschaften Pj der Probe verzeichnet, d.h. es entsteht eine neue dreidimensionale Karte Sn+1 der lokalen Eigenschaften Pj der Probe

Ein Bild der räumlichen Verteilung der Eigenschaften P<sub>j</sub> in der Probe entsteht aus der sukzessiven Abtragung weiterer Schichten und der nachfolgenden Charakterisierung der entstandenen Oberflächen. Aus dem "Stapel, der daraus gewonnen Karten S<sub>k</sub>, die die jeweiligen Oberflächen k nach jedem Abtragvorgang mit ortsaufgelöst erfaßten Eigenschaften P<sub>j</sub> der Probe darstellen, läßt sich ein dreidimensionales Bild der untersuchten Eigenschaften der Probe erstellen. Durch eine Sequenz aufeinanderfolgender Abtrag- und Charakterierungsschritte ist es somit möglich, die räumliche Struktur, insbesondere die räumliche Verteilung der Eigenschaften P<sub>i</sub> in der zu untersuchenden Probe schrittweise aufzuklären.

Die laterale Auflösung (in der x-y-Ebene), die dabei erreicht wird, ist durch die laterale Auflösung der eingesetzten Mikroskopie- insbesondere Rastersondenmikroskopieverfahren beschränkt, d.h., sie kann im atomaren Bereich liegen. Zusätzlich zur ortsaufgelösten Erfassung der interessierenden Eigenschaften wird die Topographie der entstandenen neuen Oberfläche bestimmt, wobei die Auflösung in z-Richtung hierbei nur durch die Auflösung in z-Richtung des Mikroskopie-, insbesondere Rastersondenmikroskopieverfahren beschränkt ist und daher auch in dieser Richtung ohne weiteres atomare Auflösung erreichen kann.

Die Tiefenauflösung des erfindungsgemäßen Mikroskopieverfahrens ist demnach im wesentlichen durch den mittleren Abstand  $a_{k,k+1}$  aufeinanderfolgender Oberflächen bestimmt, die bei den einzelnen Abtragvorgängen  $\Lambda_{k,k+1}$  freigelegt und mittels Rastersondenmikroskopieverfahren charakterisiert werden.

Je nach Art der zu untersuchenden Probe stehen eine Vielzahl verschiedener Abtragverfahren zur Verfügung, die eine kontrollierte Abtragung von Schichten mit Dicken im Bereich von vielen Nanometern bis zu Bruchteilen von Nanometern ermöglichen. Demzufolge erlaubt eine erfindungsgemäße Kombination von Mikroskopieverfahren zur dreidimensionalen Erfassung der Topographie von Probenoberflächen, insbesondere Rastersondenmikroskopieverfahren mit derartigen Abtragverfahren sowohl eine laterale als auch eine Tiefenauflösung, die im atomaren Bereich (d.h. im Bereich von 100 Picometern) liegen kann.

Am anderen Ende der Skala können mittels geeigneter Mikroskopieverfahren auch Strukturen oder Verteilungen von Eigenschaften P<sub>j</sub> in einer Probe auf einer Größenskala von Mikrometern und darüber untersucht werden. Insbesondere bieten sich hier optische Mikroskopieverfahren und speziell dafür ausgelegte Rastersondenmikroskopieverfahren an.

Im Gegensatz zu den im Stand der Technik erwähnten und bekannten schichtabtragenden Mikroskopieverfahren ist die Tiefenauflösung (in z-Richtung) des erfindungsgemäßen Verfahrens nicht durch die Rauhigkeit r der Probenoberfläche begrenzt. Die Tiefenauflösung des erfindungsgemäßen Verfahren ist sogar völlig unabhängigig von der Rauhigkeit der Probenoberfläche und ist damit nicht auf die Anwendung auf im wesentlichen ebener, glatter Oberflächen beschränkt, wie dies für die vorbekannten Methoden der Fall ist.

Die gängige Lehrmeinung geht von der Existenz im wesentlichen ebener, glatter Oberflächen als Grundvoraussetzung zur Erzielung einer hohen Tiefenauflösung aus. Im Gegensatz zur gängigen Lehrmeinung kann jedoch bei der Verwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens auch auf sehr unebenen Oberflächen eine Tiefenauflösung im Bereich von sub-Nanometern über die gesamte zu untersuchende Tiefe der Probe erzielt werden. Im völligen Gegensatz zur gängigen Lehrmeinung können mit dem erfindungsgemäßen Verfahren auch einzelne Objekte, die eine relativ stark gekrümmte Oberfläche aufweisen, mit hoher räumlicher Auflösung in allen drei Raumrichtungen untersucht werden.

Die Anwendbarkeit des erfindungsgemäßen Verfahrens auch auf sehr unebenen Oberflächen bedeutet insbesondere, daß das Verfahren auf stark heterogene Proben angewendet werden kann. bei denen aufgrund der Heterogenität der Probe starke lokale Schwankungen in der abgetragenen Materialmenge auftreten können. Ebenso kann es auf Proben angewendet werden, für die kein Verfahren zum gleichmäßigen Abtragen bekannt ist. Derartige Proben waren It. gängiger Lehrmeinung nicht mit hoher Tiefenauflösung mittels sukzessiver Abtragung und nachfolgender Oberflächencharakterisierung zu untersuchen, sind jedoch dem erfindungsgemäßen Verfahren uneingeschränkt auch mit hoher Tiefenauflösung zugänglich.

Ein weiterer Vorteil ist, daß aus den ermittelten Daten eine lokale Abtragrate des Materials bestimmt werden kann. Diese Abtragrate wird im allgemeinen materialspezifisch sein. Sie kann demnach als neuartiger Kontrastmechanismus bei der Erstellung zwei- oder der dreidimensionaler Abbilder der Probe verwendet werden, der insbesondere eine Unterscheidung zwischen verschiedenen Materialien in der Probe erlaubt

Weiterhin ist die erfindungsgemäße Vorrichtung und das erfindungsgemäße Verfahren einer vollständigen Automatisierung zugänglich. Für die vollautomatische Charakterisierung einer Oberfläche mittels Mikroskopieverfahren, insbesondere Rastersondenmikroskopieverfahren stehen eine Vielzahl kommerzieller Geräte zur Verfügung. Die automatische Abtragung von Schichten von der Oberfläche einer Probe mittels Abtragverfahren ist ebenfalls Stand der Technik. Viele Methoden der Rastersondenmikroskopie erreichen eine mit der Rasterelektronenmikroskopie vergleichbare und sogar bessere laterale Auflösung. Daher können

mit dem ersindungsgemäßen Verfahren Proben, die bisher nur mit großem Aufwand mit der Methode der Scrienschnitte und Elektronenmikroskopie mit hoher räumlicher Auflösung untersucht werden konnten, mit einer vergleichbaren und in vielen Fällen auch besseren räumlichen Auflösung untersucht werden.

Eine vollständige Automatisierung der erfindungsgemäßen Vorrichtung und des erfindungsgemäßen Verfahrens ermöglicht es, die dreidimensionale Struktur und Eigenschaften einer Probe mit deutlich geringerem Personalaufwand und damit wesentlich kostengünstiger zu ermitteln als bisher, was es einer breiten industriellen Anwendung zugänglich macht.

Die Tatsache, daß im Gegensatz zur Rasterelektronenmikroskopie oder dynamischen SIMS viele Methoden der Mikroskopie, insbesondere der Rastersondenmikroskopie kein Vakuum erfordern, trägt dazu bei, daß das erfindungsgemäße Verfahren deutlich kostengünstiger ist als bekannte, im Ortsraum arbeitende Verfahren zur Untersuchung von Proben mit unregelmäßiger räumlicher Struktur und hoher räumlicher Auflösung.

Vor allem jedoch ermöglicht die erfindungsgemäße Vorrichtung und das erfindungsgemäße Verfahren die dreidimensionale räumliche Erfassung von Eigenschaften einer Probe mit einer hohen räumlichen Auflösung in allen drei Raumrichtungen, die mit den bisher bekannten Methoden der Rastersondenmikroskopie bisher nur an der Probenoberfläche mit hoher lateraler Auflösung erfaßt werden konnten. Damit erweitert es diese Methoden der Rastersondenmikroskopie um die dritte Raumrichtung unter Beibehaltung der hohen räumlichen Auflösung der Rastersondenmikroskopie. Viele dieser Eigenschaften, wie z.B. die Härte, die Elastizität, die Magnetisierung, die Leitfähigkeit, waren bisher entweder überhaupt nicht oder nur mit einer deutlich schlechteren Auflösung räumlich erfaßbar und erst das erfindungsgemäße Verfahren macht sie einer räumlichen Erfassung mit hoher räumlichen Auflösung zugänglich.

Anwendbar ist die erfindungsgemäße Vorrichtung und das erfindungsgemäße Verfahren zur dreidimensionalen Erfassung von interessierenden Eigenschaften einer Probe in vielen Bereichen in Wissenschaft und Technik. Beispielhaft seien genannt:

 Ermittlung des Materialgefüges von Legierungen aller Art (metallische, keramische oder polymere Werkstoffe) und von Verbundwerkstoffen.

- Materialprüfung, insbesondere Identifikation und Vermessung von Rissen und anderen Defekten.
- Untersuchung der dreidimensionalen r\u00e4umlichen Struktur von selbstorganisierten Makromolek\u00fclien.
- Räumliche Erfassung der Ladungsträger- und Dotierungskonzentrationen in Halbleitern und Halbleiterbauelementen mit bisher nicht erreichbarer räumlicher Auflösung. Prinzipiell kann die Position einzelner Dotieratome im Halbeiter mit atomarer Genauigkeit erfaßt werden.
- Untersuchung der räumlichen Struktur von Halbleiterbauelementen, die im allgemeinen aus einer komplizierten räumlichen Anordnung verschiedenartiger Materialien auf kleinstem Raum bestehen.
- Untersuchung biologischer Proben, z.B. Ultrastrukturen von Zellen. Viren etc. Hierbei kann u.U. auf eine Anfärbung verzichtet werden und es können Eigenschaften der Proben untersucht werden, die bisher nicht räumlich erfaßt werden konnten.

Weitere Merkmale und Vorteile finden sich in den Unteransprüchen sowie der nun folgenden, nicht einschränkend zu verstebenden Beschreibung von Ausführungsbeispielen. die unter Bezugnahme auf die Zeichnung näher erläutert werden. In dieser zeigen:

- Fig. 1: eine schematische Darstellung einer erfindungsgemäßen Vorrichtung,
- Fig. 2: eine Darstellung der geometrischen Verhältnisse bei Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens auf eine Probe,
- Fig. 3: eine schematische Darstellung einer weiteren erfindungsgemäßen Vorrichtung,
- Fig. 4: eine Darstellung zweier aufeinanderfolgender Oberflächen n und m,
- Fig. 5: eine Darstellung der geometrischen Verhältnisse bei Verwendung eines Markers zur Bestimmung der absoluten Oberllächenpositionen der Probe, und
- Fig. 6: eine weitere Darstellung der geometrischen Verhältnisse bei Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens auf eine Probe,

Figur 1 zeigt schematisch den Aufbau einer erfindungsgemäßen Vorrichtung. Die Topographie  $z_n(x,y)$  der Oberfläche n (siehe Fig. 2) einer Probe 1 wird mittels eines Mikroskops 2 ermittelt, welches eine Steuerung 21 aufweist. Die Topographie  $z_n(x,y)$  ergibt sich insbesondere als z-Komponente des in Fig. 2 gezeigten Vektors  $\underline{s}_n(x,y,z)$ . Die Steuerung 21 stellt die Topographie  $z_n(x,y)$  der Oberfläche n zur Weiterverarbeitung zur Verfügung, insbesondere speichert die Steuerung 21 die Topographie  $z_n(x,y)$ .

Beispielsweise sind spezielle optische Mikroskope 2 zur Erfassung der Topographie z<sub>n</sub>(x,y) geeignet. Die Verwendung eines optischen Phaseninterferenzmikroskops als Mikroskop 2 ermöglicht eine laterale (x-y-Ebene) Auflösung im Bereich der verwendeten Wellenlänge. in z-Richtung ist eine Auflösung im Bereich von Nanometern oder besser möglich. Die Verwendung eines konfokalen Laserscanning-Mikroskops kann die laterale Auflösung erhöhen, die Auflösung in z-Richtung jedoch verringern. Mittels Optischer Mikroskope können auch größerskalige Strukturen im Bereich vieler Mikrometer bis Millimeter erfaßt werden.

Weiterhin sind eine Vielzahl von Rastersondenmikroskopen zur Erfassung der Topographie z<sub>n</sub>(x,y) der Probenoberfläche n einsetzbar. Je nach Probe 1 (insbesondere Probeneigenschaften wie Transparenz, Magnetisierung, Leitfähigkeit etc.) und gewünschtem Auflösungsvermögen Methoden STM ("scanning tunneling microscope...: sind beispielsweise die Rastertunnelmikroskop), AFM ("atomic force microscope,,: Kraftmikroskop, auch Reibungskraftmikroskop), SNOM ("scanning nearfield optical microscope,,: optisches Nahfeldmikroskop) oder SMNM ("scanning magnetic nearfield microscope": magnetisches Nahfeldmikroskop) sowie viele von diesen und anderen Rastersondenmikroskopen abgeleitete Varianten von Rastersondenmikroskopen. Je nach verwendetem Mikroskoptyp können mit Rastersondenmikroskopen Strukturen zwischen vielen Mikrometern und einigen zig Picometern erfaßt werden. Allen diesen Rastersondenmikroskopen ist gemein, daß sie die Topographie z<sub>n</sub>(x,y) der Probenoberfläche erfassen und für eine Weiterverarbeitung zur Verfügung stellen. insbesondere speichern.

Eine Sonde 3 erfaßt lokal eine oder mehrere Eigenschaften  $P_j$  auf der Oberfläche n. Die Sonde 3 weist eine Steuerung 31 auf. welche die erfaßten Eigenschaften  $P_j(z_n(x,y))$  zur

Weiterverarbeitung zur Verfügung stellt, insbesondere speichert. Als Sonde 3 kann beispielsweise hochauflösende SIMS ("secondary ion mass spectroscopy..: Sekundärionenmassenspektroskopie) verwendet werden.

Daneben können eine Vielzahl von Rastersondenmikroskopen 20 als Sonden 3 verwendet werden (siehe insbesondere Figur 3). Beispielsweise kann mittels eines STM die lokale Elektronendichte, mittels eines AFM der Reibungskoeffizient (Reibungskraftmikroskop) oder Materialunterschiede ("TappingMode<sup>TM</sup>" Kraftmikroskop), mittels eines SNOM lokale optische Eigenschaften wie Dielektrizitätskonstante oder mittels eines SMNM lokale magnetische Eigenschaften wie Magnetisierung oder magnetische Suszeptibilität erfaßt werden. Die Verwendung eines Rastersondenmikroskops 20 bietet den Vorteil, daß die Topographie z<sub>n</sub>(x,y) der Oberfläche n und die Eigenschaften Pi(zn(x,y)) darauf mittels nur einer Vorrichtung und oftmals auch gleichzeitig oder in einem Schritt erfaßt werden können. Als Sondensteuerung 31 kann in diesem Fall insbesondere die Steuerung 201 des Rastersondenmikroskops 20 selbst dienen.

Auf die Sonde 3 kann in einer weiteren vorteilhaften Ausgestaltung der erfindungsgemäßen Vorrichtung verzichtet werden, bei der die erfindungsgemäße Vorrichtung zur Ermittlung der räumlichen Verteilung eines Parameters verwendet werden soll, der eine Abtragrate einer insbesondere heterogenen Probe charakterisiert.

Eine Abtragvorrichtung 4, welche eine Steuerung 41 aufweist, ermöglicht es, in einem Abtragvorgang Annel eine Schicht der mittleren Dicke annel von der Oberfläche n der Probe 1 abzutragen (siehe Fig. 4). Beispielsweise kann diese Abtragung mittels einer Vorrichtung zum Plasmaätzen, einer Vorrichtung zum Ätzen mit reaktiven Gasen oder Flüssigkeiten oder einer Vorrichtung zum chemomechanischen Polieren erfolgen. Durch Kontrolle der jeweiligen Prozeßparameter ist es insbesondere möglich, gezielt Schichten vorbestimmter mittlerer Dicke ann+1 abzutragen. Dabei ist eine gobal abgetragene Schichtdicke gemeint, d.h. die lokal abgetragene Schichtdicke wird über eine bestimmte Fläche der Probenoberfläche n oder auch über die gesamte Probenoberfläche n gemittelt. Die Steuerung 41 stellt die Prozeßparameter des Abtragvorgangs, insbesondere die abgetragene mittlere Schichtdicke annel (falls zugänglich) zur Weiterverarbeitung zur Verfügung, insbesondere speichert sie diese.

13

PCT/DE99/02577

Die Abtragvorrichtung 4 kann entweder so ausgebildet sein, daß ein Abtragvorgang im wesentlichen auf der gesamten Oberfläche n wirksam ist (z.B. bei einem naßehemischen Ätzverfahren), oder nur in der unmittelbaren Umgebung der Sonde 3 wirksam ist. Unter unmittelbarer Umgebung der Sonde ist insbesondere ein Fläche mit einem Durchmesser von wenigen Radien der Fläche Ms, über die die Sonde 3 die Probeneigenschaften P, gemittelt erfaßt, zu verstehen. Eine lokal wirksame Abtragvorrichtung 4 ist beispielsweise ein STM, welches mit solchen Parameterm und in einer solchen Umgebung betrieben wird, daß in der Umgebung der Spitze (also der Sonde 3) elektrochemische Reaktionen, insbesondere elektrochemisches Ätzen auftritt.

Die bei einem Abtragschritt A<sub>n,n+1</sub> abgetragene mittlere Schichtdicke a<sub>n,n+1</sub> (siehe Fig. 4) kann mittels einer Vorrichtung zur Schichtdickenmessung 5, welche eine Steuerung 51 aufweist, erfaßt werden. Als derartige Vorrichtung kann je nach Probenbeschaffenheit beispielsweise ein Ellipsometer oder ein Röntgenreflexionsmeßgerät verwendet werden. Möglich ist auch ein Wägen der Probe vor und nach einem Abtragschritt A<sub>n,n+1</sub> und eine Bestimmung der abgetragenen Schichtdicke a<sub>n,n+1</sub> aus der abgetragenen Materialmenge (Masse). Wird elektrochemisches Ätzen zum Abtragen verwendet, kann die abgetragene Materialmenge und damit die mittlere Dicke der abgetragenen Schicht aus der während einem Abtagschritt geflossenen elektrischen Ladung Q ermittelt werden. Die Steuerung 51 der Vorrichtung zur Schichtdickenmessung 5 stellt die abgetragene mittlere Schichtdicke a<sub>n,n+1</sub> zur Weiterverarbeitung zur Verfügung, insbesondere speichert sie diese.

Eine computergestützte Bildverarbeitung 6, welche beispielsweise aus einem leistungsfähigen PC oder einer Workstation bestehen und insbesondere eine Steuerung 61, einen Bildschirm 62, einen Drucker 63 und ein Speichermedium 64 aufweisen kann, ist dazu eingerichtet, aus einer vom Mikroskop 2 ermittelten Folge von Oberflächentopographien z<sub>n</sub>(x,y) bis z<sub>n+m</sub>(x,y) und den von der Sonde 3 aus der auf diesen Topographien erfaßten Eigenschaften P<sub>j</sub>(z<sub>n</sub>(x,y)) bis P<sub>j</sub>(z<sub>n+m</sub>(x,y)) sowie gegebenenfalls aus den Prozeßparametern der Abtragvorgänge A<sub>n+j,n+i+1</sub>, welche von der Steuerung 41 der Abtragvorrichtung 4 erfaßt wurden und den jeweils abgetragenen mittleren Schichtdicken a<sub>n+j,n+i+1</sub>, welche beispielsweise ebenfalls von der Steuerung 41 der Abtragvorrichtung 2 und Ger von der Steuerung 51 der Vorrichtung zur

WO 00/39569

14

PCT/DE99/02577

Schichtdickenmessung 5 erfaßt wurden, ein dreidimensionales Abbild der Probe 1 zu erzeugen. Insbesondere kann dieses Abbild auf einem Bildschirm 62 angezeigt, auf einem Drucker 63 ausgegeben oder auf einem Speichermedium 64 gespeichert werden.

In einer vorteilhaften Weiterbildung der erfindungsgemäßen Vorrichtung ist die Steuerung 61 der computergestützten Bildverarbeitungsvorrichtung 6 in die Steuerung 21 oder 201 des Mikroskops (2), insbesondere des Rastersondenmikroskops 20 integriert.

In einer weiteren vorteilhaften Weiterbildung der erfindungsgemäßen Vorrichtung ist die Steuerung 41 der Abtragvorrichtung 4 in die Steuerung 21 oder 201 des Mikroskops 2. insbesondere des Rastersondenmikroskops 20 integriert.

In einer weiteren vorteilhaften Weiterbildung der erfindungsgemäßen Vorrichtung sind die Steuerung 21 des Mikroskops 2, insbesondere die Steuerung 201 des Rastersondenmikroskops 20, sowie die Steuerung 31 der Sonde 3, die Steuerung 41 der Abtragvorrichtung 4, die Steuerung 51 der Meßvorrichtung 5 zur Bestimmung der bei einem Abtragvorgang A<sub>k,k+1</sub> abgetragene mittlere Schichtdicke a <sub>k,k+1</sub> und die Steuerung 61 der Bildverarbeitungsvorrichtung 6 oder einer Teilmenge dieser Steuerungen mit einer zentralen Steuerung 7 verbunden, insbesondere in eine zentrale Steuerung 7 integriert.

Die erfindungsgemäße Vorrichtung kann mittels eines erfindungsgemäßen Verfahrens zur Ermittlung der räumlichen Verteilung von Eigenschaften  $P_j$  einer Probe 1 verwendet werden. Dieses Verfahren umfaßt die folgenden Verfahrensschritte:

- a) eine Aufnahme der Topographie  $z_n(x,y)$  der Oberfläche n einer Probe 1, welche sich im wesentlichen in einer zur x-y-Ebene parallelen Ebene bei  $z=z_n$  erstreckt, mittels eines Mikroskops 2, insbesondere mittels eines Rastersondenmikroskops 20 und einer oder mehrerer Eigenschaften  $P_j(z_n(x,y))$  darauf mittels einer Sonde 3, insbesondere mittels eines Rastersondenmikroskops 20,
- b) einer Abtragung einer Schicht von der Oberfläche n der Probe 1 im wesentlichen in z-Richtung mittels einer Abtragvorrichtung 4 in einem Abtragvorgang A<sub>n,n+1</sub>, wobei eine neue Oberfläche n+1 freigelegt wird.

c) eine m-fache Wiederholung der Schritte a) und b) unter Charakterisierung der jeweilig freigelegten Probenoberfläche n+i, i = 1,...,m und Abtragung einer weiteren Schicht von der Oberfläche n+i der Probe 1 in einem Abtragvorgang Antin++t, wobei die Zahl m durch die Größe des zu charakterisierenden Bereichs der Probe und die gewünschte Tiefenauflösung bestimmt ist, insbesondere m zwischen 10 und 1000 liegt, und

d) einer Erzeugung eines dreidimensionalen Abbilds der Eigenschaften  $P_j$  der Probe 1 aus den Oberflächentopographien  $z_n(x,y)$  bis  $z_{n+m}(x,y)$  und den Eigenschaften  $P_j(z_n(x,y))$  bis  $P_j(z_{n+m}(x,y))$  mittels einer computergestützten Bildverarbeitungsvorrichtung 6

In einer vorteilhaften Weiterbildung des vorgenannten Verfahrens wird nur die Topographie  $z_{n+i}(x,y)$  und  $z_{n+i+1}(x,y)$  aufeinanderfolgender Oberflächen n+i und n+i+1 erfaßt und aus diesen die räumliche Verteilung eines die lokale Abtragrate einer Probe 1 charakterisierenden Parameters in der Probe 1 ermittelt. Dieses weitergebildete Verfahren umfaßt die folgenden Verfahrensschritte:

- a) eine Aufnahme der Topographie z<sub>n</sub>(x,y) der Oberfläche n einer Probe 1, welche sich im wesentlichen in einer zur x-y-Ebene parallelen Ebene bei z = z<sub>n</sub> erstreckt mittels eines Mikroskops 2, insbesondere mittels eines Rastersondenmikroskops 20.
- b) eine Abtragung einer Schicht von der Oberfläche n der Probe 1 im wesentlichen in z-Richtung in einem Abtragvorgang A<sub>n,n+1</sub> mittels einer Abtragvorrichtung 4 ,wobei eine neue Oberfläche n+1 freigelegt wird,
- c) eine m-fache Wiederholung der Schritte a) und b) unter Charakterisierung der jeweiligen Probenoberfläche n+i, i = 1,...,m und Abtragung einer weiteren Schicht von der Oberfläche der Probe 1 in einem Abtragvorgang An+i,n++1, wobei die Zahl m durch die Größe des zu charakterisierenden Bereichs der Probe und die gewünschte Tiefenauflösung bestimmt ist, vorzugsweise m zwischen 5 und 1000 liegt, insbesondere m zwischen 10 und 500 liegt.
- d) einer Bestimmung der bei der bei den Abtragvorgängen A<sub>n+i,n+i+1</sub> lokal abgetragenen Schichtdicken a<sub>n+i,n+i+1</sub>(x,y,z) (siehe Fig. 4), und
- e) einer Erzeugung eines dreidimensionalen Abbilds der Iokal abgetragenen Schichtdicken

  annienten (x,y,z) oder eines davon abgeleiteten, eine Iokale Abtragrate der Probe
  charakterisierenden Parameters mittels einer computergestützten Bildverarbeitungsvorrichtung 6.

PCT/DE99/02577 WO 00/39569 16

Der Schritt d) des vorstehenden Verfahrens kann insbesondere durch folgendes Verfahren realisiert werden: Die lokale absolute z-Position zn einer Oberfläche n wird bestimmt aus einer über geignete Bereiche gemittelten mittleren Lage zn dieser Oberfläche und der mittels eines Mikroskops 2, insbesondere mittels eines Rastersondenmikroskops 20 ermittelten lokalen Abweichung Δzn von der mittleren Lage zn (siehe Fig.4).

Die mittlere Lage zm einer Obersläche m, wie sie in Figur 4 gezeigt ist, kann beispielsweise ermittelt werden aus der über geeignete Bereiche gemittelten mittleren Lage Zn der Oberfläche n und der in den dazwischenliegenden Abtragvorgängen An, n+1 bis Am-1, m abgetragenen summierten Schichtdicken an, n+1 bis am-1,m, welche mittels einer Meßvorrichtung 5 zur Bestimmung der abgetragenen mittleren Schichtdicke ak-1, k bestimmt wird.

Aus der Kombination beider vorstehender Verfahrensschritte sind die lokalen absoluten z-Positionen zn und zm zweier aufeinanderfolgender Oberslächen n und m bestimmt, woraus die im Abtragvorgang  $A_{k,k+1}$  lokal abgetragene Schichtdicke  $a_{k,k+1}(x,y,z)$  bestimmt werden kann.

Alternativ zu diesem Verfahren ist eine Bestimmung der lokalen absoluten z-Position sowie der über geeignete Bereiche gemittelten mittleren Lage  $\underline{z}_n$  einer Oberfläche n einer Probe 1 möglich durch Festlegung einer oder mehrerer Referenzmarke(n) mittels eines oder mehrere Markern 7, die sich, insbesondere ihre Abmessungen, bei einem Abtragschritt nicht oder nur unwesentlich ändert. Alle lokalen absoluten z-Positionen können dann in Bezug auf die Referenzmarken gemessen werden. Insbesondere kann zur Bestimmung der mittleren Lage zn einer Oberfläche n der Abstand d<sub>M</sub> in z-Richtung zu in der Probe vorhandenen oder zu diesem Zweck beigefügten Objekten (Marker) 7 verwendet werden, z.B. Gräben, Kugeln, Probenträger etc., deren räumliche Abmessungen und Positionen vor dem Abtragen der Oberfläche n bekannt sind und die sich während des Abtragverfahrens nicht oder in bekannter Weise verändern. Dies ist in Figur 5 gezeigt.

In einer vorteilhaften Weiterbildung obenstehender Verfahren wird die relative laterale Position in x- und y-Richtung zweier benachbarter Oberflächen n und n+1 oder von Teilbereichen zweier benachbarter Oberflächen n und n+1 bestimmt anhand der Position in x- und y- Richtung einer oder mehrer größerskaligen Strukturen oder eines oder meherer größerskaligen Objekte (Marker)

7, wobei diese größerskalige(n) Strukturen oder diese größerskaligen Objekte 7 in der Probe 1 naturgemäß vorhanden sind oder zu diesem Zweck beigefügten wurden und deren räumliche Abmessungen und Positionen vor dem Abtragen der Oberfläche n bekannt sind und diese sich während des Abtragverfahrens nicht oder in bekannter Weise verändern.

Die vorgenannten Verfahren zur Bestimmung der lokalen absoluten z-Position zk einer Oberfläche sind insbesondere vorteilhaft, wenn die Probe 1 für die Abtragvorgänge Annel aus ihrer betriebsgemäßen Position im Mikroskop 2, insbesondere Rastersondenmikroskop 20 entnommen werden muß.

Die Abtragvorgänge Ann+1werden mittels einer Abtragvorrichtung 4 ausgeführt. Für die Abtragvorgänge Ann+1 wird die Probe aus ihrer betriebsgemäßen Position im Mikroskop 2, insbesondere Rastersondenmikroskop 20 entnommen und in eine betriebsgemäße Position in der Abtragvorrichtung 4 eingesetzt. Nach erfolgtem Abtragvorgang Ann+1 wird die Probe aus der Abtragvorrichtung entnommen und wieder in die betriebsgemäße Position im Mikroskop 2. insbesondere Rastersondenmikroskop 20 eingesetzt.

Die Abtragvorgänge Ann+1können global auf die gesamte Oberfläche der Probe 1 einwirken. Dies ist im allgemeinen bei den erwähnten Abtragverfahren: Ätzen mit reaktiven Gasen oder Flüssigkeiten, Plasmaätzen oder chemomechanischem Polieren der Fall.

In manchen Fällen kann eine lokale Abtragung einzelner Schichten von der Probenoberfläche erforderlich oder vorteilhaft sein. In diesem Fall können Abtragverfahren eingesetzt werden, die lokal, insbesondere in der direkten Umgebung einer Sonde 3 wirksam sind. Als Beispiel hierfür ist das elektrochemische Ätzen zu nennen, welches beispielsweise in Kombination mit einer inerten Spitze eines STM realisiert werden kann.

Im folgenden sind einige Ausführungsbeispiele skizziert, wie im einzelnen Strukturen verschiedener Proben mittels der erfindungsgemäßen Vorrichtung und des erfindungsgemäßen Verfahrens analysiert werden können.

### Beispiel: Die r\u00e4umliche Struktur mikrophasenseparierter Blockcopolymere.

Fast alle Werkstoffe bestehen aus Mischungen verschiedener Materialien. Auf diese Weise können die Eigenschaften der einzelnen Komponenten kombiniert und Werkstoffen mit neuen und maßgeschneiderten Eigenschaften erzeugt werden. So besteht zum Beispiel das thermoplastische Elastomer SBR ("styren-butadien rubber...) aus einer Mischung von hartem Polystyrol (PS) mit weichem Polybutadien (PB), wobei die einzelnen Styrol- und Butadien-Bausteine kovalent zu größeren Makromolekülen verbunden sind. Je nach Molekülstruktur und Mischungsverhältnis bilden sich im Festkörper einige zig Nanometer große Bereiche von hartem PS in einer weichen (elastischen) Matrix von PB aus. Die Größe, die Form, und die räumliche Verteilung der PS- und PB-Bereiche hat einen entscheidenden Einfluß auf die mechanischen Eigenschaften des Werkstoffs SBR.

Die Verteilung von PS und PB an der Oberfläche n eines Stücks SBR kann mittels Rasterkraftmikroskopie im "TappingMode<sup>TM</sup>" mit hoher lateraler Auflösung (einige Nanometer) abgebildet werden. Bei diesem Verfahren wird eine mechanisch schwingende Spitze in geringem und insbesondere konstantem Abstand über die Probenoberfläche geführt und gleichzeitig sowohl der Ort der Spitze als auch die Phasenlage der Schwingung der Spitze relativ zu einer antreibenden Schwingung registriert. Anhand der Phasenlage können unterschiedlich weiche (bzw. harte) Bereiche an der Probenoberfläche unterschieden und eine Karte dieser Bereiche erstellt werden. Da PB bei Raumtemperatur weicher als PS ist, können auf diese Weise die beiden Komponenten des Werkstoffs voneinander unterschieden und die laterale Verteilung von PS und PB an der Probenoberfläche mit hoher (lateraler) Ortsauflösung bestimmt werden. Auf diese Weise erhält man sowohl die Topographie der Probenoberfläche n, d.h. die Höhe zn als Funktion des Ortes (x,y), als auch eine Karte der Weichheit der Oberfläche, nämlich das sogenannte Phasenbild, d.h. die Phasenlage  $\phi_n$  als Funktion des Ortes (x,y). Die Topographie  $z_n(x,y)$  und das Phasenbild  $\phi_n(x,y)$  können zu einer dreidimensionalen Karte der Phasenlage φ<sub>n</sub>(x,y,z) kombiniert werden, die als Karte S<sub>n</sub> des lokalen Mischungsverhältniscs von PS und PB an der Probenoberfläche interpretiert werden kann (Fig. 2).

Um die Verteilung von PS und PB in der Probe zu bestimmen, wird die Probe schichtweise abgetragen und nach iedem Abtragschritt die neu entstandene Oberfläche mit dem rasterkraftmikroskopischen Verfahren untersucht. Das Abtragen kann im Fall des SBR durch Abätzen einer dünnen Schicht mittels eines Trockenätzverfahrens erfolgen, z.B. ex-situ in einem Plasmareinigungsgerät, wie es für die Reinigung optischer Bauteile von organischen Verunreinigungen verwendet wird. Auf diese Weise kann innerhalb etwa 20 Sekunden eine im Mittel 5 nm dicke Schicht von der zu untersuchenden Probe abgetragen werden. Nach dem Abtragen wird die neu entstandene Probenoberfläche wieder mit dem rasterkraftmikroskopischen Verfahren untersucht und eine neue dreidimensionale Karte der Phasenlage an dieser neu freigelegten Oberfläche erstellt. Wird die Probe zum Ätzen aus dem Kraftmikroskop ausgebaut, ist es für das erfindungsgemäße Verfahren von entscheidender Bedeutung, daß nach dem Ätzen mit dem Rasterkraftmikroskop wieder genau die zuvor untersuchte Stelle der Probe wiedergefunden und abgebildet wird. Dies kann auf verschiedene Arten erreicht werden. Entweder ist die Probe auf einem Probenhalter montiert, der mit der notwendigen Genauigkeit aus dem Rasterkraftmikroskop aus- und wieder eingebaut werden kann, oder die Probe muß im Rasterkraftmikroskop mit einem Verschiebetisch so verschoben werden, daß die zu untersuchende Stelle wieder unter der Spitze das Rasterkraftmikroskops zu liegen kommt. Zum Repositionieren der Probe und Wiederfinden der gleichen Stelle kann man ein optisches Mikroskop verwenden, mit dem man die relative Lage von Probe und Spitze beobachten kann. Zusätzlich können auch Bilder der Probe mit dem Kraftmikroskop erstellt werden. In beiden Fällen kann man sich anhand größerskaligen Strukturen der Probe, z.B. Bereiche mit charakteristischen Formen, Gräben, Hügeln, Staubkörnern oder anderen Defekten in charakteristischer Anordnung, oder zum Zwecke der Orientierung angebrachten Markierungen, wie z.B. Kratzern, orientieren. Auf diese Weise kann eine bestimmte Stelle der Probe ohne großen Aufwand mit wenigen Nanometern Genauigkeit wiedergefunden werden. Unter Verwendung bekannter Verfahren der elektronischen Bildaufnahme und -verarbeitung kann dieses Repositionierverfahren vollständig automatisiert werden.

Die relative Position benachbarter Bildpunkte kann bei der Rasterkraftmikroskopie mit großer Präzision gemessen werden. Dabei ist eine Genauigkeit von bis zu 0.01 Nanometern erreichbar. Im Gegensatz dazu kann die absolute Position der Oberfläche in z-Richtung nicht ohne weiteres mittels Rasterkraftmikroskopie bestimmt werden. Um die absolute Position der freigelegten Oberfläche n+1 in z-Richtung festzulegen, können verschiedene Verfahren verwendet werden. Zum Beispiel kann man sich an der vorhergehenden Oberfläche n orientieren und die z-Position

 $z_{n+1}$  der neuen Oberfläche n+1 so festlegen, daß der (gegebenfalls über einzelne Bereiche) gemittelte Abstand  $\underline{a}_{n,n+1}(x,y,z)$  der benachbarten Oberflächen der im mittel abgetragenen Schichtdicke  $\underline{a}_{n,n+1}$  entspricht (Fig. 4).

Die im Mittel abgetragene Schichtdicke a<sub>n,n+1</sub> kann auf verschiedene Weise bestimmt werden. Entweder aus der insgesamt abgetragenen Materialmenge z.B. durch Wägen, oder aus dem Abstand der Oberflächen n und n+1 (gegebenenfalls über größere Bereiche gemittelt) zu Fixpunkten auf der Probe mit bekannten Abmessungen und Positionen, die sich während dem Abtragen nicht oder in bekannter Weise verändern, z.B. der Höhe von Hügeln oder bei dünnen Schichten der Tiefe von Gräben, die bis auf das Substrat reichen (Figur 5). Bei dünnen Schichten kann auch die über einen großen Bereich gemittelte Schichtdicke und somit auch die mittlere Abtragrate mittels Ellipsometrie oder Interferometrie bestimmt werden.

Auf diese Weise fährt man fort bis der gesamte interessierende Probenbereich schrittweise abgetragen und die dabei freigelegten Oberflächen rasterkraftmikroskopisch untersucht worden sind. Man erhält so eine Reihe dreidimensionaler Karten S<sub>n</sub>, auf denen die untersuchten Eigenschaften - in diesem Fall die Phasenlage φ- verzeichnet sind (Fig. 2). Aus diesen Karten S<sub>n</sub> kann mit geeigneten mathematischen Verfahren die räumliche Verteilung der Phasenlage und damit der Verteilung von PS und PB in der Probe bestimmt werden.

Ähnlich wie bei anderen, schichtweise die Probe erfassenden Verfahren, wie z.B. der Computertomograhie, können aufeinander folgende Karten anhand gemeinsamer charakteristischer Punkte oder Formen mit hoher Präzision zur Deckung gebracht und gegebenenfalls entzerrt werden (Bildregistrierung).

Besonderes Kennzeichen des erfindungsgemäßen Verfahrens und entscheidend für die hohe Ortsauflösung in z-Richtung ist, daß im allgemeinen die Karten Sk gekrümmte Flächen im Raum sind, und daß diese Krümmung bei der räumlichen Rekonstruktion berücksichtigt wird. (Figur 6) Im Gegensatz dazu erzeugen und verwenden andere Verfahren, wie z.B. die Computertomograhie oder die konfokale Mikroskopie, einen Stapel ebener und äquidistanter Karten der erfaßten Eigenschaften. Um für diese Fälle geschaftene mathematische Verfahren der räumlichen Rekonstruktion und Darstellung bei dem erfindungsgemäßen Verfahren anwenden zu

können, können die auf den gekrümmten Flächen  $S_n$  verzeichneten Eigenschaften  $P_j$  beispielsweise durch Interpolation auf ein entsprechendes regelmäßiges Gitter abgebildet werden.

Die räumliche Auflösung ist lateral durch das rasterkraftmikroskopische Abbildungsverfahren und in diesem Fall durch den Radius der Spitze bestimmt. Heutige Standardspitzen haben einen Spitzenradius von etwa 10 nm, es sind aber auch Spitzen mit nur 2 nm Radius erhältlich. Die Auflösung in z-Richtung ist im wesentlichen durch den lokalen Abstand zweier benachbarter Oberflächen, d.h. die mittlere Dicke a<sub>n,n+1</sub> der bei einem Abtragschritt A<sub>k,k+1</sub> abgetragenen Schicht bestimmt. (sieheFigur 6) Diese kann ohne großen Aufwand ebenfalls 2 nm betragen. Damit erscheint es möglich, mit der erfindungsgemäßen Vorrichtung und dem erfindungsgemäßen Verfahren die räumliche Verteilung der einzelnen Komponenten eines polymeren Werkstoffs, z.B. von PS und PB in SBR, mit bis zu 2 nm Auflösung in allen drei Raumrichtungen im Ortsraum zu erfassen. (siehe Figur 6)

### 2. Beispiel: Räumliche Struktur von biologischen Proben, z.B. Ultrastruktur einzelner Zellen.

Um Dünnschnitte biologischer Proben, z.B. Gewebe, Zellen, etc. zu erzeugen und diese mit optischer Mikroskopie und Elektronenmikroskopie zu untersuchen, werden die Proben häufig in Harze eingebettet. Diese Harze sind im allgemeinen Polymere, so daß solche Dünnschnitte unmittelbar der Untersuchung mit einer erfindungsgemäßen Vorrichtung unter Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens zugänglich sind.

Zum Einbetten werden die zu untersuchenden Zellen zunächst mit niedermolekularen organischen Verbindungen (den Monomeren) getränkt, die dann anschließend durch Starten einer Polymerisationsreaktion zu längerkettigen Polymeren (dem Harz) verbunden werden. Da unterschiedliche Teile einer Zelle (Membran, Zellkern, Zellorganellen, etc.) zu unterschiedlichem Maße mit Monomeren getränkt werden und da unterschiedliche Teile einer Zelle im allgemeinen unterschiedliche chemische Zusammensetzungen besitzen, führt dies dazu, daß die Polymerisationsreaktion der Monomere in den verschiedenen Teilen der Zelle durch die Anwessenheit unterschiedlicher Zellbestandteile unterschiedlich abläuft und zu unterschiedlichen Ergebnissen führt. Nach dem Einbetten besitzen somit die verschiedenen Bereiche einer Zelle im

22

allgemeinen unterschiedliche mechanische und chemische Eigenschaften, z.B. Härte, Färbung. Fluoreszenz, etc., deren räumliche Verteilung mit einer erfindungsgemäßen Vorrichtung und dem erfindungsgemäßen Verfahren mit hoher räumlicher Auflösung (wenige Nanometer) erfaßt werden kann

Im Gegensatz zur Elektronenmikroskopie ist für das erfindungsgemäße Verfahren weder ein Vakuum noch eine Kontrastierung mittels Schwermetallen erforderlich. Auch müssen keine Dünnschnitte erzeugt werden, so daß an die mechanische Stabilität des Einbettmittels keine hohen Anforderungen gestellt werden müssen. Zusammen mit der Vielzahl neuartiger Kontrastmechanismen der Rastersondenmikroskopie, die bisher nur an Probenoberflächen mit hoher lateraler Auflösung eingesetzt wurden, verspricht die Kombination des erfindungsgemäßen Verfahrens mit sowohl konventionellen als auch neu zu entwickelnden Einbett-Techniken völlig neuartige Einblicke in die dreidimensionale räumliche Struktur der Zellen mit wenigen Nanometern Auflösung in allen drei Raumrichtungen.

## 3. Beispiel: Anwendung auf rauhe Oberflächen.

Da das erfindungsgemäße Verfahren mittels einer erfindungsgemäßen Vorrichtung auch auf Oberflächen hoher Rauhigkeit angewendet werden kann, erscheint es möglich biologische Proben und komplexe Flüssigkeiten (z.B. Dispersionen und Suspensionen kolloidaler Teilchen) durch Gefrierbruch zu präparieren und die Proben von der Bruchfläche ausgehend mittels einer erfindungsgemäßen Vorrichtung mit dem erfindungsgemäßen Verfahren zu untersuchen. Der beispielsweise dazu notwendige Betrieb eines Rastersondenmikroskops bei tiefen Temperaturen ist Stand der Technik, ebenso wie die Präparation und rastersondenmikroskopische Untersuchung von Kristallbruchflächen bei tiefen Temperaturen.

Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren kann unmittelbar an der Probenoberfläche eines größeren Stücks des zu untersuchenden Materials gestartet werden. Es kann aber auch das Probeninnere ausgehend von einer Bruchfläche (z.B. durch Gefrierbruch erzeugt) untersucht werden. Eine andere Möglichkeit ist die Untersuchung von Dünnschnitten des Werkstoffs, die auf ein festes Substrat aufgebracht sind. Eine durch das Schneiden des Dünnschnittes eventuel! beschädigte

oberflächennahe Schicht ist für das erfindungsgemäße Verfahren kein Hindernis, da sie während des Verfahrens abgetragen wird. Zudem kann die Struktur in Oberflächennähe mit der im Innern des Dünnschnitts verglichen werden und auf diese Weise mögliche Beschädigungen und Artefakte in der Nähe der Oberfläche erkannt werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren eignet sich insbesondere auch für die Untersuchung der Struktur dünner Filme, z.B. auf Glas oder anderen Trägermaterialien, die mit anderen Methoden, z.B. Transmissionselektronenmikroskopie, nicht untersucht werden können, da z.B. das Trägermaterial entweder nicht für Elektronen transparent ist oder nicht zu Dünnschnitten verarbeitet werden kann.

## 4. Beispiel: Struktur von Halbleiterbauelementen

Das erfindungsgemäße Verfahren ist nicht auf polymere Werkstoffe begrenzt. Es eignet sich auch für die Untersuchung der räumlichen Struktur von Halbleiterbauelementen, die im allgemeinen aus einer komplizierten räumlichen Anordnung verschiedenartiger Materialien auf kleinstem Raum (wenige 100 Nanometer)) bestehen. Die räumliche Verteilung der verschiedenen Materialien in solchen Bauelementen kann mit bisher bekannten Methoden nicht räumlich erfaßt werden, da sie entweder für Elektronen nicht transparent genug sind oder keinen ausreichenden Kontrast in der Elektronenmikroskopie liefern. Mit schichtabtragenden Methoden, z.B. dynamischer SIMS, können sie ebenfalls nicht untersucht werden, da geeignete Verfahren zur gleichmäßgen Schichtabtragung fehlen. Da für das erfindungsgemäße Verfahren rauhe Oberflächen und eine ungleichmäßige Abtragrate kein Hindernis darstellen, können mit dem erfindungsgemäßen Verfahren solche Halbleiterbauelemente mit hoher räumlicher Auflösung untersucht werden. Für das Abtragen können die vielfältigen Ätzverfahren der Halbleitertechnologie verwendet werden. Insbesondere das Trockcnätzen mit reaktiven Jonen ("reactive ion etching,,) erscheint erfolgversprechend, da es relativ materialunabhängig ätzt. Um eine allzu rauhe Oberfläche zu vermeiden können z.B. bei zwei aufeinanderfolgenden Abtragvorgängen zwei verschiedene Ätzverfahren eingesetzt werden, um so eine im Mittel relativ gleichmäßige Abtragung zu erreichen.

24

Um die in einem Halbleiterbauelement aneinander grenzenden Materialien. z.B. Si. SiOx, Metalle und Kunststoffe, voneinander unterscheiden zu können, stehen z.B. viele rastersondenmikroskopische Verfahren zur Verfügung. Beispielsweise können wie im Beispiel I Unterschiede in der Härte der Materialien verwendet werden. Aber auch Unterschiede in der Reibung zwischen den Materialien und der Sondenspitzen können detektiert werden. Ein weitere Möglichkeit ist, die lokale Leitfähigkeit zu messen. Mittels "Scanning Capacitance Microscopy., (ScaM) kann aber auch die lokale Ladungsträgerkonzentration gemessen werden und mittels der "Electrie Force Microscopy., (EFM) können laterale Unterschiede der Dielektrizitätskonstanten gemessen werden. Über diese genannten Methoden hinaus sind in den letzten Jahren viele weitere rastersondenmikroskopische Methoden und Kontrastmechanismen entwickelt worden, die es erlauben, Eigenschaften an Probenoberflächen mit zum Teil hohen lateralen Auflösungen zu vermessen. Die erfindungsgemäße Vorrichtung und das erfindungsgemäße Verfahren ermöglichen es, diese neuartigen Kontrastmechanismen für die räumliche Erfassung der entsprechenden Eigenschaften mit vergleichbar hoher räumlicher Λuflösung zu nutzen, ohne daß dafür ein besonders gleichmäßiges Abtragverfahren notwendig ist.

#### Beispiel: Atomare Auflösung in allen drei Raumrichtungen

Mittels Rastersondenmikroskopie kann die Position einzelner Atome abgebildet werden. Dies ist auch in Flüssigkeiten möglich, z.B. mit der Rastertunnelmikroskopie. Geeignete Geräte sind kommerziell erhältlich. Ein solches Gerät kann mit einem geeigneten Ätzverfahren, z.B. elektrochemischem Ätzen, kombiniert werden, um die räumliche Lage einzelner Dotieratome in einem Halbleiter mit atomarer Auflösung zu bestimmen. Beim elektrochemischem Ätzen kann die bei einem Abtragschritt geslossene Ladung als Maß für die abgetragene Materialmenge und damit die mittlere Position einer Obersläche n in z-Richtung verwendet werden. Bei diesem Verfahren wird man bei einem einzelnen Abtragschritt deutlich weniger als eine Atomlage abtragen, um sicher zu sein, kein Atom zu "übersehen". Zwei benachbarte Oberslächen können dabei anhand größerskaliger Objekte, z.B. Inseln von Atomen oder Kanten von Monolagen, zur Deckung gebracht werden. Der auf diese Weise bestimmte laterale Abstand zweier benachbarter Oberslächen (in x.y-Richtung) kann verwendet werden, um die thermische Drift zu kompensieren, die bei so kleinen Abmessungen und langen Beobachtungszeiten nicht

vernachlässigt werden kann. Im Fall einer langsamen Abtragung von z.B. 10% einer Monolage in einem Abtragschritt kann der lokale Abstand zweier benachbarter Oberflächen anhand einzelner Atome atomweise abgezählt werden.

# 6. Beispiel: Verwendung anderer als rastersondenmikroskopischer Mikroskopieverfahren.

Das erfindungsgemäße Verfahren ist nicht auf die Rastersondenmikroskopie begrenzt. Sowohl für die Erfassung der intcressierenden Eigenschaft P an der Probenoberfläche n, als auch für die Bestimmung der Topographie z<sub>n</sub>(x,y) können andere Mikroskopieverfahren verwendet werden. Zum Beispiel kann die interessierende Eigenschaft Pi ortsaufgelöst mit optischer Mikroskopie erfaßt werden (z.B. Reflexion, Fluoreszenz, Ramanstreuung etc.). Die Topographie z<sub>n</sub>(x,y) kann entweder mittels Rastersondenmikroskopie oder mittels Phaseninterferenzmikroskopie oder auch mittels konfokaler Laser-Scanning-Mikroskopie bestimmt werden. Auf diese Weise können Eigenschaften nicht transparenter heterogener Proben mit optischen Verfahren räumlich mit bis zu 100 nm Auflösung erfaßt werden. Zudem ist das Verfahren leicht automatisierbar und erfordert kein gleichmäßiges Abtragen, so daß z.B. einfaches und schnelles, jedoch bei heterogenen Proben in der Regel ungleichmäßiges naßchemisches Ätzen, eingesetzt werden kann. Insbesondere verspricht das erfindungsgemäße Verfahren besonders bei neuen Werkstoffen große Zeitvorteile, da für den neuen Werkstoff kein spezielles gleichmäßiges Abtragverfahren entwickelt werden muß. Ein weiterer großer Vorteil des erfindungsgemäßen Verfahrens ist, daß die dafür bestehende Geräte (z.B. ein Rasterkraftmikroskop mit integriertem optischen Mikroskop, ein konfokales Laser-Scanning-Mikroskop, oder ein Phaseninterferenz-mikroskop) nicht oder nur sehr wenig verändert werden müssen. Moderne Geräte dieser Art sind bereits vollständig automatisiert und computergesteuert, so daß nur noch eine für das zu untersuchende Material geeignete Abtragvorrichtung sowie ein Softwaremodul für die Steuerung und Auswertung hinzugefügt werden müßten.

Unter Oberfläche wird auch eine oberflächliche Schicht oder Lage bzw. ein räumlicher Bereich in Nähe der Probenoberfläche verstanden. Bei mehreren Meßverfahren nach der Erfindung spielt auch das Volumen unter der zweidimensionalen Oberfläche eine Rolle, z.B. dessen Leitfähigkeit, Kapazität usw. Unter dem Erfassen mindestens einer Eigenschaft der Probe wird auch eine erfaßte Meßgröße oder ein davon abgeleitetes Signal verstanden. Wenn gesprochen wird von der

26

Erfassung mindestens einer Eigenschaft der Probe auf der Topographie einer Oberfläche, so ist hierunter auch eine Erfassung der mindestens einer Eigenschaft in der Nähe der Topographie zu verstehen

In einer bevorzugten Ausführung wird die Ermittlung der räumlichen Verteilung einer Eigenschaft kombiniert mit der Ermittlung der räumlichen Verteilung der Abtragrate. Auf diese Weise kann die räumliche Änderung einer an oder in der Nähe der Oberfläche erfaßten Eigenschaft ermittelt werden. Dies ist dann vorteilhaft, wenn das Volumen deutlich zum Meßsignal beiträgt, wie es bei der Messung der lokalen Leitfähigkeit oder der Ladungsträgerkonzentration der Fall ist. Auf diese Weise kann der Beitrag des Volumens abgezogen werden und kann die Tiefenauflösung für die eigentlich interessierende Eigenschaft, z.B. Leitfähigkeit in unmittelbarerer Nähe der Oberfläche deutlich erhöht werden. Dies ist z.B. wichtig bei Anwendungen in der Haibleiterbranche.

Erfindungsgemäss können Strukturen vorzugsweise unter 1 Mikrometer, insbesondere unter 400 Nanometer und bevorzugt unter 200 Nanometer erfasst werden. Es kann der dreidimensionale Verlauf einer Dotierung eines Halbleiters gemessen werden.

Bezeichnung: Nanotomographie

## Patentansprüche

- Vorrichtung zur Ermittlung der räumlichen Verteilung von Eigenschaften einer insbesondere heterogenen Probe (1), bestehend aus:
- einem Mikroskop (2), welches eine Steuerung (21) aufweist, zur dreidimensionalen Erfassung der Topographie z<sub>n</sub>(x,y) der Oberfläche n einer Probe (1),
- einer Sonde (3), welche eine Steuerung (31) aufweist, zur ortsaufgelösten Erfassung einer oder mehrerer Eigenschaften P<sub>j</sub> der Probe (1) auf der Topographie z<sub>n</sub>(x,y) der Oberfläche n.
- einer Abtragvorrichtung (4), beispielsweise einer Vorrichtung zum Plasmaätzen, zum Ätzen
  mit reaktiven Gasen oder Flüssigkeiten, oder zum chemomechanischen Polieren, welche eine
  Steuerung (41) aufweist und mittels welcher in einem Abtragvorgang A<sub>n,n+1</sub> eine Schicht von
  der Oberfläche n der Probe (1) abgetragen werden kann,
- einer computergestützen Bildverarbeitungsvorrichtung (6), welche dazu ausgerüstet ist, aus einer vom Mikroskop ermittelten Folge von Oberflächentopographien  $z_n(x,y)$  bis  $z_{n+m}(x,y)$  und den auf diesen Topographien erfaßten Eigenschaften  $P_j(z_n(x,y))$  bis  $P_j(z_{n+m}(x,y))$  ein dreidimensionales Abbild der Probe zu crzeugen.
- Vorrichtung zur Ermittlung der räumlichen Verteilung von Eigenschaften einer insbesonderc heterogenen Probe (1), bestehend aus:
- einem Rastersondenmikroskop (20), beispielsweise einem STM ("Scanning Tunnelling Microscope"), einem AFM ("Atomic Force Microscope"), einem SNOM ("Scanning Nearfield Optical Microscope") oder einem von diesen abgeleiteten Rastersondenmikroskop, welches eine Steuerung (201), einen Mikroskopkopf (202) und eine Sonde (203) aufweist, wobei das Rastersondenmikroskop (20) dazu ausgerüstet ist, die Topographie z"(x,y) der Probenoberfläche n und eine oder mehrere Probeneigenschaften P" beispielsweise elektrische Leitfähigkeit, elektrische Ladungsdichte, Reibungskoeffizient, Elastizität, Dielektrizitätskonstante oder Magnetisierung ortsaufgelöst auf dieser Topographie z"(x,y) zu erfassen.

WO 00/39569

- einer Abtragvorrichtung (4), beispielsweise einer Vorrichtung zum Plasmaätzen, zum Ätzen
  mit reaktiven Gasen oder Füssigkeiten, oder zum chemomechanischen Polieren, welche eine
  Steuerung (41) aufweist und mittels welcher in einem Abtragvorgang A<sub>n,n+1</sub> eine Schicht von
  der Oberfläche n der Probe (1) abgetragen werden kann.
- einer computergestützen Bildverarbeitungsvorrichtung (6), welche dazu ausgerüstet ist, aus einer vom Rastersondenmikroskop (20) ermittelten Folge von Oberflächentopographien z<sub>n</sub>(x,y) bis z<sub>n+m</sub>(x,y) und den auf diesen Topographien erfaßten Eigenschaften P<sub>j</sub>(z<sub>n</sub>(x,y)) bis P<sub>j</sub>(z<sub>n+m</sub>(x,y)) ein dreidimensionales Abbild der Probe (1) zu erzeugen.
- Vorrichtung zur Ermittlung der räumlichen Verteilung eines Parameters, der eine Abtragrate einer insbesondere heterogenen Probe (1) charakterisiert, bestehend aus:
- einem Rastersondenmikroskop (20). beispielsweise einem STM ("Scanning Tunneling Microscope"), einem AFM ("Atomic Force Microscope"), einem SNOM ("Scanning Nearfield Optical Microscope") oder einem von diesen abgeleiteten Rastersondenmikroskop, welches eine Steuerung (201), einen Mikroskopkopf (202) und eine Sonde (203) aufweist, wobei das Rastersondenmikroskop (20) dazu ausgerüstet ist, die Topographie z<sub>n</sub>(x,y) der Probenoberfläche n zu erfassen,
- einer Abtragvorrichtung (4), beispielsweise einer Vorrichtung zum Plasmaätzen, zum Ätzen
  mit reaktiven Gasen oder Füssigkeiten, oder zum chemomechanischen Polieren, welche eine
  Steuerung (41) aufweist und mittels welcher in einem Abtragvorgang A<sub>n,n+1</sub> eine Schicht von
  der Oberfläche n der Probe (1) abgetragen werden kann,
- einer computergestützen Bildverarbeitungsvorrichtung (6), welche dazu ausgerüstet ist, aus einer vom Rastersondenmikroskop (20) ermittelten Folge von Oberflächentopographien z<sub>n</sub>(x,y) bis z<sub>n+m</sub>(x,y) die bei den Abtragvorgängen A<sub>k,k+1</sub>, k = n,...,n+m-1 lokal abgetragene Materialmenge, insbesondere die lokal abgetragenen Schichtdicken a<sub>k,k+1</sub>(x,y,z) zu bestimmen und daraus ein dreidimensionales Abbild der Verteilung eines Parameters in der Probe (1) zu erzeugen, der eine lokale Abtragrate charakterisiert, insbesondere ein Abbild der lokalen Abtragrate selbst zu erzeugen.
- 4. Vorrichtung zur Ermittlung der r\u00e4umlichen Vorteilung einer oder mehrercr Eigenschaften einer Probe (1) gem\u00e4\u00df Anspruch 1, 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, da\u00ed sie eine Me\u00dfvorrichtung (5), welche eine Steuerung (51) aufweist, zur Bestimmung der bei einem

Abtragvorgang  $A_{k,k+1}$  durch die Abtragvorrichtung (4) von der Probenoberfläche abgetragene mittlere Schichtdicke a  $k_kk+1$  aufweist, die vorzugsweise in die Abtragvorrichtung (4) oder in das Mikroskop (2), insbesondere das Rastersondenmikroskop (20) integriert sein kann.

- 5. Vorrichtung zur Ermittlung der räumlichen Verteilung einer oder mehrerer Eigenschaften einer Probe (1) gemäß Anspruch 1,2,3 oder 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Steuerung (21) des Mikroskops (2), insbesondere die Steuerung (201) des Rastersondenmikroskops (20), sowie die Steuerung (31) der Sonde (3), die Steuerung (41) der Abtragvorrichtung (4), die Steuerung (51) der Meßvorrichtung (5) zur Bestimmung der bei einem Abtragvorgang A<sub>k,k+1</sub> abgetragene mittlere Schichtdicke a <sub>k,k+1</sub> und die Steuerung (61) der Bildverarbeitungsvorrichtung (6) oder einer Teilmenge dieser Steuerungen mit einer zentralen Steuerung (7) verbunden sind, insbesondere in eine zentrale Steuerung (7) integriert sind.
- 6. Vorrichtung zur Ermittlung der räumlichen Verteilung einer oder mehrerer Eigenschaften einer Probe (1) gemäß Anspruch 1,2,3 oder 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Steuerung (61) der computergestützten Bildverarbeitungsvorrichtung (6) in die Steuerung (21) oder (201) des Mikroskops (2), insbesondere des Rastersondenmikroskops (20) integriert ist.
- 7. Vorrichtung zur Ermittlung der r\u00e4umlichen Verteilung einer oder mehrerer Eigenschaften einer Probe (1) gem\u00e4\u00e4 Anspruch 1,2,3 oder 4, dadurch gekennzeichnet, da\u00e4 die Steuerung (41) der Abtragvorrichtung (4) in die Steuerung (21) oder (201) des Mikroskops (2), insbesondere des Rastersondenmikroskops (20) integriert ist.
- 8. Vorrichtung zur Ermittlung der r\u00e4umlichen Verteilung einer oder mehrerer Eigenschaften einer Probe (1) gem\u00e4\u00e4 Anspruch 1,2,3 oder 4, dadurch gekennzeichnet, die Abtragvorrichtung (4) global wirksam ist, d.h. da\u00e4 die von der Abtragvorrichtung (4) vorgenommene Abtragung auf der gesamten zu untersuchenden Probenoberfl\u00e4che im wesentlichen gleichzeitig erfolgt.
- 9. Vorrichtung zur Ermittlung der r\u00e4umlichen Verteilung einer oder mehrerer Eigenschaften einer Probe (1) gem\u00e4\u00e4 Anspruch 1,2.3 oder 4, dadurch gekennzeichnet, da\u00e4\u00e4 die Abtragvorrichtung (4) lokal in der direkten Umgebung der Sonde (3) wirksam ist. d.h. die von

der Abtragvorrichtung (4) vorgenommene Abtragung nur in der direkten Umgebung der Sonde (3) erfolgt.

- 10. Verfahren zur Ermittlung der räumlichen Verteilung von Eigenschaften P<sub>j</sub> einer Probe (1), die folgenden Verfahrensschritte umfassend:
  - a) eine Aufnahme der Topographie z<sub>n</sub>(x<sub>x</sub>y) der Oberfläche n einer Probe (1), welche sich im wesentlichen in einer zur x-y-Ebenc parallelen Ebene bei z = z<sub>n</sub> erstreckt, mittels eines Mikroskops (2), insbesondere mittels eines Rastersondenmikroskops (20) und einer oder mehrerer Eigenschaften P<sub>3</sub>(z<sub>n</sub>(x<sub>x</sub>y)) darauf mittels einer Sonde (3), insbesondere mittels eines Rastersondenmikroskops (20),
  - b) einer Abtragung einer Schicht von der Oberfläche n der Probe (1) im wesentlichen in z-Richtung mittels einer Abtragvorrichtung (4) in einem Abtragvorgang A<sub>n,n+1</sub>, wobei eine neue Oberfläche n+1 freiµelegt wird.
  - c) eine m-fache Wiederholung der Schritte a) und b) unter Charakterisierung der jeweiligen Probenoberfläche n+i, i = 1,...,m und Abtragung einer weiteren Schicht von der Oberfläche n+i der Probe (1) in einem Abtragvorgang A<sub>n+i,n+i+1</sub>, wobei die Zahl m durch die Größe des zu charakterisierenden Bereichs der Probe (1) und die gewünschte Tiefenauflösung bestimmt ist, vorzugsweise m zwischen 5 und 1000 liegt, insbesondere m zwischen 10 und 500 liegt, und
  - d) einer Erzeugung eines dreidimensionalen Abbilds der Eigenschaften  $P_j$  der Probe (1) aus den Oberflächentopographien  $z_n(x,y)$  bis  $z_{n+m}(x,y)$  und den Eigenschaften  $P_j(z_n(x,y))$  bis  $P_j(z_{n+m}(x,y))$  mittels einer computergestützten Bildverarbeitungsvorrichtung (6).
- 11. Verfahren zur Ermittlung der räumlichen Verteilung eines die lokale Abtragrate einer Probe
  - (1) charakterisierenden Parameters in der Probe (1), die folgenden Verfahrensschritte umfassend:
  - a) eine Aufnahme der Topographie z<sub>n</sub>(x,y) der Oberfläche n einer Probe (1). welche sich im wesentlichen in einer zur x-y-Ebene parallelen Ebene bei z = z<sub>n</sub> erstreckt mittels eines Mikroskops (2), insbesondere mittels eines Rastersondenmikroskops (20),
  - b) eine Abtragung einer Schicht von der Oberfläche n der Probe (1) im wesentlichen in z-Richtung in einem Abtragvorgang A<sub>n,n+1</sub> mittels einer Abtragvorrichtung (4), wobei eine neue Oberfläche n+1 freigelegt wird,

c) eine m-fache Wiederholung der Schritte a) und b) unter Charakterisierung der jeweiligen Probenoberfläche n+i, i = 1,...,m und Abtragung einer weiteren Schicht von der Oberfläche n+i der Probe in einem Abtragvorgang Antanti, wobei die Zahl m durch die Größe des zu charakterisierenden Bereichs der Probe (1) und die gewünschte Tiefenauflösung bestimmt ist, vorzugsweise m zwischen 5 und 1000 liegt, insbesondere m zwischen 10 und 500 liegt, und

- d) einer Bestimmung der bei der bei den Abtragvorgängen A<sub>n+i,n+i+1</sub> lokal abgetragenen Schichtdicken a<sub>n+i,n+i+1</sub>(x,y,z), und
- e) einer Erzeugung eines dreidimensionalen Abbilds der lokal abgetragenen Schichtdicken an+i,n+i+1(x,y,z) oder eines davon abgeleiteten, eine lokale Abtragrate der Probe charakterisierenden Parameters mittels einer computergestützten Bildverarbeitungsvorrichtung (6).
- 12. Verfahren nach Anspruch 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, daß die lokale absolute z-Position z<sub>k</sub> einer Oberfläche k einer Probe (1) bestimmt wird aus einer mittleren Lage z<sub>k</sub>dieser Oberfläche k oder Teilbereichen davon und der mittels eines Mikroskops (2), insbesondere mittels eines Rastersondenmikroskops (20) ermittelten lokalen Abweichung Δz<sub>k</sub> von der mittleren Lage z<sub>k</sub>.
- 13. Verfahren nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß die mittlere Lage Zk einer Oberfläche k einer Probe (1) oder Teilbereichen davon bestimmt wird aus der mittleren Lage Zk-1 der Oberfläche k-1 und der im dazwischenliegenden Abtragvorgang Ak-1, k abgetragenen Schichtdicke ak-1, k welche mittels einer Meßvorrichtung (5) zur Bestimmung der abgetragenen mittleren Schichtdicke ak-1, k bestimmt wird.
- 14. Verfahren nach Anspruch 10 oder 11, gekennzeichnet dadurch, daß zur Bestimmung der mittleren Lage zk einer Oberfläche k einer Probe (1) oder Teilbereichen davon die Abstände d<sub>M</sub> in z-Richtung zu in der Probe (1) vorhandenen oder zu diesem Zweck beigefügten Objekten (Marker) (8) verwendet werden, z.B. Gräben, Kugeln, Probenträger etc., deren räumliche Abmessungen und Positionen vor dem Abtragen der Oberfläche n bekannt sind und sich diese während des Abtragvorgangs nicht oder in bekannter Weise verändern (Fig. 4).

- 15. Verfahren nach Anspruch 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, daß die relative laterale Position in x- und y-Richtung zweier benachbarter Oberflächen n und m oder von Teilbereichen zweier benachbarter Oberflächen n und m einer Probe (1) anhand der Positionen in x- und y- Richtung größerskaligee Strukturen oder größerskaliger Objekte (Marker) (8) bestimmt wird, wobei diese größerskaligen Strukturen oder diese größerskaligen Objekte (8) in der Probe (1) naturgemäß vorhanden sind oder zu diesem Zweck beigeftigt wurden, deren räumliche Abmessungen und Positionen vor dem Abtragen der Oberfläche n bekannt sind und sich diese während des Abtragvorgangs nicht oder in bekannter Weise verändern
- 16. Verfahren nach Anspruch 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, daß die zur Abtragung einer Schicht von der Oberfläche der zu charakterisierenden Probe (1) verwendete Abtragvorrichtung (4) global, d.h. auf die gesamte Oberfläche der zu untersuchenden Probe wirkt.
- 17. Verfahren nach Anspruch 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, daß die zur Abtragung einer Schicht von der Oberfläche der zu charakterisierenden Probe (1) verwendete Abtragvorrichtung (4) lokal, d.h. in der direkten Umgebung der Sonde (3), insbesondere der Sonde (203) des Rastersondenmikroskops (20) wirkt.
- 18. Verfahren nach Anspruch 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, daß die Abtragung einer Schicht von der Probenoberfläche mittels der Abtragvorrichtung (4) in situ erfolgt, d.h. ohne daß eine Entnahme der Probe (1) aus der betriebsgemäßen Position im Mikroskop (2), insbesondere im Rastersondenmikroskop (20) erforderlich ist.
- 19. Verfahren nach Anspruch 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, daß die Abtragung einer Schicht von der Probenoberfläche mittels der Abtragvorrichtung (4) ex situ erfolgt, d.h. daß die Probe (1) aus der betriebsgemäßen Position im Mikroskop (2), insbesondere im Rastersondenmikroskop (20) entnommen und in die betriebsgemäße Position in der Abtragvorrichtung (4) eingesetzt wird.

PCT/DE99/02577

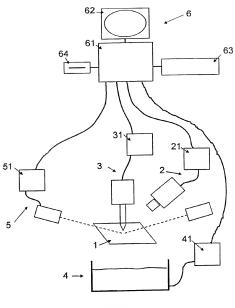


Fig. 1

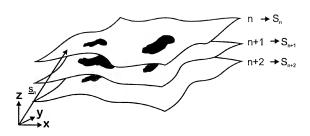
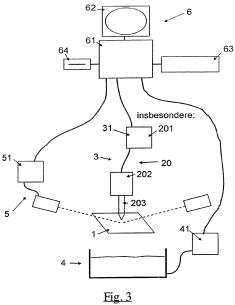


Fig. 2



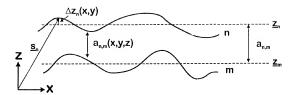


Fig. 4

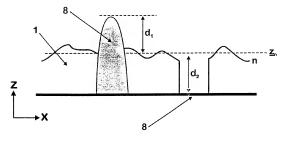


Fig. 5

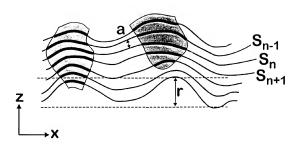


Fig. 6

International Application No

PCT/DE 99/02577 A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC 7 G01N27/00 G018 G01B7/34 According to international Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 7 GOIN GOIB Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used) C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT Category \* Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages Selevant to claim No. RETTIG R ET AL: "Atomic scale properties 1-4. of interior interfaces of semiconductor 8-11,16, heterostructures as determined by quasi-digital highly selective etching and atomic force microscopy" EIGHTH INTERNATIONAL CONFERENCE ON MODULATED SEMICONDUCTOR STRUCTURES, MSS8. SANTA BARBARA, CA, USA, 14-18 JULY 1997, vol. 2. no. 1-4, pages 277-281, XP000870399 Physica E, 15 July 1998, Elsevier, Nether lands ISSN: 1386-9477 the whole document -/--X Further documents are listed in the continuation of box C. Patent family members are listed in annex. Special categories of cited documents "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but "A" document defining the general state of the lart which is not considered to be of particular relevance." cited to understand the principle or theory underlying the "E" earlier document but published on or after the international "X" document of particular relevance; the cleimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone filling date "L" document which may throw doubts on pnority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such docu-"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or ments, such combination being obvious to a person skilled in the art. other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "&" document member of the same patent family Date of the actual completion of the international search Date of mailing of the international search report 2 February 2000 09/02/2000 Name and mailing address of the ISA Authorized officer European Patent Office, P.B. 5818 Patenttaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl.

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (July 1992)

Fax: (+31-70) 340-3016

Pflugfelder, G

International Application No PCT/DF 99/02577

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages Belevant to claim No. Α CHANG D C ET AL: "Micro structural 1-4. investigation of porous silicon depth 8-11,16, profile by direct surface force 17,19 microscopy' SURFACE/INTERFACE AND STRESS FFFECTS IN ELECTRONIC MATERIAL NANOSTRUCTURES. SYMPOSIUM, SURFACE/INTERFACE AND STRESS EFFECTS IN ELECTRONIC MATERIAL NANOSTRUCTURES. SYMPOSIUM, BOSTON, MA. USA, 27 NOV.-1 DEC, 1995, pages 173-177. XP000870218 1996, Pittsburgh, PA, USA, Mater, Res. Soc, USA the whole document KALUKIN A R ET AL: "Effects of feature Α 1-3.6. orientation in tomographic 10.11 reconstructions" X-RAY MICROFOCUSING: APPLICATIONS AND TECHNIQUES, SAN DIEGO, CA, USA, 22-23 JULY 1998. vol. 3449, pages 36-44, XP000869951 Proceedings of the SPIE - The International Society for Optical Engineering, 1998, SPIE-Int. Soc. Opt. Eng. USA ISSN: 0277-786X the whole document Α HARRISON C ET AL: "Layer by layer imaging 1 - 3of diblock copolymer films with a scanning electron microscope" POLYMER.GB, ELSEVIER SCIENCE PUBLISHERS vol. 39, no. 13, page 2733-2744 XP004112216 ISSN: 0032-3861 page 2733, right-hand column, paragraph 2 -page 2734, left-hand column, paragraph 3 page 2742, left-hand column, paragraph 2 -page 2743, left-hand column, paragraph 1 Α VAEZ-IRAVANI M ET AL: "CORRELATIVE 1,2,10 IMAGING IN SCANNING NEAR-FIELD OPTICAL MTCROSCOPY' JOURNAL OF VACUUM SCIENCE AND TECHNOLOGY: PART A, US, AMERICAN INSTITUTE OF PHYSICS. NEW YORK, vol. 11, no. 4, PART 01, page 742-747 XP000403702 ISSN: 0734-2101 the whole document -/--

International Application No PCT/DE 99/02577

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT Category \* Citation of document, with indication where appropriate, of the relevant passages Relevant to claim No. Α PATENT ABSTRACTS OF JAPAN 1-3,6, vol. 1996, no. 10, 31 October 1996 (1996-10-31) 10-13 -& JP 08 160058 A (NEC CORP), 21 June 1996 (1996-06-21) abstract: figures Α DATABASE WPI 1-3 Section Ch. Week 197801 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class LO3. AN 1978-00976A XP002128666 -& JP 52 137396 A (HITACHI LTD), 16 November 1977 (1977-11-16) abstract

INTERNATIONAL SEARCH REPORT  Int. Auditonal Application No									
information on patent family members					PCT/DE 9				
Patent document cited in search report			Publication date	Patent family member(s)		Publication date			
JP	08160058	A	21-06-1996	JP 28	65006 B	08-03-1999			
IP	52137396	A	16-11-1977	NONE					

Internationales Aktenzeichen PCT/DE 99/02577

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES IPK 7 G01N27/00 G01B7/34

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

#### B. RECHERCHIERTE GEBIETE

rchierter Mindestpruistoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole) IPK 7 GOIN GOIB

Recherchierte aber nicht zum Mindestprütstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

### C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

	Betr. Anspruch Nr.
RETTIG R ET AL: "Atomic scale properties of interior interfaces of semiconductor heterostructures as determined by quasi-digital highly selective etching and atomic force microscopy". EIGHTH INTERNATIONAL CONFERENCE ON MODULATED SEMICONDUCTOR STRUCTURES. MSSB, SANTA BARBARA, CA, USA, 14-18 JULY 1997, Bd. 2, Nr. 1-4, Seiten 277-281, XPO00370399 Physica E, 15 July 1998, Elsevier, Netherlands ISSN: 1386-9477 das ganze Dokument	1-4, 8-11,16, 17

# Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

Siehe Anhang Patentfamilie

 Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen "A" Veroffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

"E" ätteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffontlicht worden ist

"L' Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zwefeihalt erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegoben ist (wie

ausgeführt)
"O" Veröffentlich:

"O" Verolfentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Banutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht "P" Verolfentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

T\* Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Pronflätedatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmelkung nicht kollidert, sondern unz zum Verständnis dies der Erfindung zugrundelegenden Prinzips oder der ihr zugrundelegenden Theorie angegleben sit.

Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfindenscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Veröffentlichung von besonderer Bedeutung, die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfindenscher Tätigkeit berühen betrachbet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie nichtlichung wird betracht wird und diese Veröffentlichung für einen Fachmann nahellegend ist dieses Veröffentlichung für einen Fachmann nahellegend ist

"&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

### 2. Februar 2000

Name und Postanschrift der Internationalen Becherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentiaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016

## 09/02/2000

Bevollmächtigter Bediensteter

Pflugfelder, G

Fomblatt PCT/ISA/210 (Blatt 2) (Juli 1992)

Internationales Aktenzeichen
PCT/DE 99/02577

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN Kategorie 2 Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile Betr. Anspruch Nr. Α CHANG D C ET AL: "Micro structural 1-4. investigation of porous silicon depth 8-11,16, profile by direct surface force 17.19 microscopy SURFACE/INTERFACE AND STRESS EFFECTS IN ELECTRONIC MATERIAL NANOSTRUCTURES. SYMPOSIUM, SURFACE/INTERFACE AND STRESS EFFECTS IN ELECTRONIC MATERIAL NANOSTRUCTURES, SYMPOSIUM, BOSTON, MA. USA, 27 NOV.-1 DEC. 1995, Seiten 173-177, XP000870218 1996, Pittsburgh, PA, USA, Mater. Res. Soc, USA das ganze Dokument KALUKIN A R ET AL: "Effects of feature Α 1-3.6. orientation in tomographic 10,11 reconstructions" X-RAY MICROFOCUSING: APPLICATIONS AND TECHNIQUES, SAN DIEGO, CA. USA, 22-23 JULY 1998. Bd. 3449, Seiten 36-44, XP000869951 Proceedings of the SPIE - The International Society for Optical Engineering, 1998, SPIE-Int. Soc. Opt. Eng. USA ISSN: 0277-786X das ganze Dokument HARRISON C ET AL: "Layer by layer imaging 1-3 of diblock copolymer films with a scanning electron microscope" POLYMER.GB.ELSEVIER SCIENCE PUBLISHERS B.V, Bd. 39, Nr. 13, Seite 2733-2744 ISSN: 0032-3861 Seite 2733, rechte Spalte, Absatz 2 -Seite 2734, linke Spalte, Absatz 3 Seite 2742, linke Spalte, Absatz 2 -Seite 2743, linke Spalte, Absatz 1 Α VAEZ-IRAVANI M ET AL: "CORRELATIVE 1,2,10 IMAGING IN SCANNING NEAR-FIELD OPTICAL MTCROSCOPY" JOURNAL OF VACUUM SCIENCE AND TECHNOLOGY: PART A.US.AMERICAN INSTITUTE OF PHYSICS. NEW YORK, Bd. 11, Nr. 4, PART 01, Seite 742-747 XP000403702 ISSN: 0734-2101 das ganze Dokument -/--

Inte, nationales Aktenzeichen
PCT/DE 99/02577

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN Kategone\* Sezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile Betr. Anspruch Nr. Α PATENT ABSTRACTS OF JAPAN 1-3,6, 10-13 vol. 1996, no. 10, 31. Oktober 1996 (1996-10-31) -& JP 08 160058 A (NEC CORP), 21. Juni 1996 (1996-06-21) Zusammenfassung; Abbildungen DATABASE WPI Α 1-3 Section Ch, Week 197801 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class LO3, AN 1978-00976A XP002128666 -& JP 52 137396 A (HITACHI LTD). 16. November 1977 (1977-11-16) Zusammenfassung

Formblatt PCT/ISA/210 (Fortsetzung von Blatt 2) (Juli 1992)

ngaben zu Veröffentlichungen, die zur seiben Patentfamilie gehön		Inte-nationale	s Aktenzeichen		
	Angaben zu Veroffentlichungen, die zur seiben Patentfamilie gehören				
	PCT/DE	PCT/DE 99/02577			
Recherchenbericht Datum der ührtes Patentdokument Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung		
P 08160058 A 21-06-1996	JP 2	365006 B	08-03-1999		
P 52137396 A 16-11-1977	KEINE				